Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire
Pest Management Regulatory Agency

Dir98-02

Directive d'homologation

Lignes directrices sur les résidus chimiques

La présente directive d'homologation Dir98-02 intitulée *Lignes directrices sur les résidus chimiques* se veut un guide pour les demandeurs d'homologation qui, pour répondre aux exigences en matière de données sur les résidus chimiques, préparent et mènent des études expérimentales et rédigent ensuite des rapports faisant état de leurs résultats. Le présent document a été préparé à la suite de nombreuses consultations avec les intervenants. En outre, les lignes directrices de l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) ont été harmonisées avec celles de la United States Environmental Protection Agency (EPA). Comme elles sont maintenant identiques, le demandeur a ainsi le choix de consulter, lorsqu'il prépare son dossier des données pour l'ARLA ou pour l'EPA, les lignes directrices de l'un ou l'autre des pays. L'adoption de cartes de zones communes aux deux pays par les deux agences permet une utilisation optimale des données issues des essais au champ en vue de satisfaire aux exigences en matière de données des *Lignes directrices sur les résidus chimiques*. Il sera toujours possible d'obtenir une exemption de présentation des données lorsque les demandes seront appuyées de données justificatrices que l'ARLA jugera acceptables.

Grâce à ces lignes directrices, le demandeur sera en mesure de préparer son dossier scientifique de manière à accélérer le passage de sa demande d'homologation de l'examen préliminaire à l'évaluation. À l'aide des données issues de ces études, les scientifiques de l'ARLA pourront évaluer la validité de chacune d'elle, et déterminer la nature et la quantité de résidus trouvées dans les aliments transformés. On compte sur l'harmonisation des *Lignes directrices sur les résidus* du Canada et des États-Unis pour favoriser la réalisation d'examens conjoints et le partage du travail.

Les demandeurs pourront profiter de la période d'intégration graduelle des lignes directrices pour prendre le temps nécessaire à la réalisation de leurs études en fonction des *Lignes directrices sur les résidus chimiques* et, de la sorte, se familiariser avec celles-ci. On s'attend que les études présentées après le 31 décembre 1998 répondent aux exigences décrites dans la présente directive.

(also available in English)

le 1 juin 1998

Ce document est publié par la Division de la gestion des demandes d'homologation et de l'information, Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire. Pour de plus amples renseignements, veuillez communiquer avec :

Coordonnatrice des publications
Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire
Santé Canada
I.A. 6606D1
2250, promenade Riverside
Ottawa (Ontario)
K1A 0K9

Internet : GLEWIS@PMRA.HWC.CA
http://www.hc-sc.ca/pmra-arla/
Télécopieur : (613) 736-3666
Service de renseignements :
1-800-267-6315 ou (613) 736-3799

Canada

Table des matières

N° d'onglet	N° de section	Nom de section
0	0	Contexte
1	1	Identification des produits chimiques
2	2	Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage
3	3	Méthode d'analyse des résidus
4	4	Méthode d'analyse de plusieurs résidus
5	5	Données de stabilité durant l'entreposage
6	6	L'eau et le poisson
7	7	Manutention des aliments
8	8	Viande/lait/volaille/oeufs
9	9	Essais au champ sur les cultures
10	10	Aliments transformés destinés à la consommation humaine ou animale
11	11	Limite maximale de résidus
12	12	Motifs raisonnables d'une demande
13	13	Accumulation dans les cultures en rotation en milieu clos
14	14	Accumulation dans les cultures en rotation sur le terrain
15	15	Groupes de cultures

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 0

CONTEXTE

Introduction

Les 15 sections que renferme ce document constituent les *Lignes directrices sur les résidus chimiques* de l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA). Ces lignes directrices représentent une étape importante dans le projet d'harmonisation des données exigées relativement à la réglementation des pesticides. Pour la première fois, des zones ou des régions ont été définies pour la détermination des endroits où des essais contrôlés sur le terrain doivent être effectués dans un pays et entre deux pays. Ces lignes directrices visent les données exigées en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

HARMONISATION DES LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES ENTRE L'ARLA ET L'ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (EPA) DES ÉTATS - UNIS (É. - U.)

Ces nouvelles lignes directrices indiquent aux demandeurs comment recueillir des données dans le cadre d'essais contrôlés sur le terrain dans des régions ou zones définies précisément sur des cartes générées par un système d'information géographique (SIG) au Canada et aux É.-U. Lorsque ces zones ou régions s'étendent en partie au Canada et aux É.-U., elles sont considérées comme équivalentes et les données de résidus obtenues dans ces zones/régions sont également valides. Ainsi, l'industrie ne sera pas tenue de présenter des données produites au Canada.

Dans le cadre de l'Accord commercial Canada-États-Unis et plus tard l'Accord de libre-échange nord-américain, les *Lignes directrices sur les résidus chimiques* ont également été examinées à fond par l'Office of Prevention, Pesticides and Toxic Substances de l'Environmental Protection Agency (EPA) des É.U. de façon à harmoniser les données exigées, les avis spécifiques, les critères et la présentation des rapports. Ces efforts d'harmonisation se sont traduits par un accord entre l'EPA et l'ARLA pour que les analyses de résidus chimiques effectuées dans un pays soient acceptées pour appuyer des limites maximales de résidus (LMR) à l'importation ou intérieures dans l'autre pays, en supposant que les usages sont les mêmes dans les deux pays.

Ces *Lignes directrices sur les résidus chimiques* ont été examinées à fond par l'Institut canadien pour la protection des cultures et elles ont été révisées, dans la mesure du possible, de façon à ce qu'elles correspondent aux attentes et aux besoins de l'industrie agricole canadienne.

LES LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

Les *Lignes directrices sur les résidus chimiques* décrivent la nature des données scientifiques requises pour appuyer une demande d'homologation d'un produit chimique au Canada. Toutes ces *Lignes directrices sur les résidus chimiques* décrivent les données scientifiques exigées par la Section de l'évaluation de l'exposition aux résidus dans les aliments (SEERA) de la Division de l'évaluation sanitaire (DES) de l'ARLA. Ces données scientifiques sont nécessaires pour expliquer la nature qualitative et quantitative des résidus dans les aliments d'origine végétale et animale. Ces lignes directrices, en plus de préciser les données scientifiques exigées, indiquent

également au demandeur quels critères et quels protocoles il doit suivre pour concevoir, exécuter et valider les essais à effectuer et pour rendre compte des données scientifiques obtenues.

Les scientifiques de l'ARLA doivent avoir recours aux études scientifiques et à l'information que renferment les *Lignes directrices sur les résidus chimiques* pour déterminer la nature des résidus dans les aliments (d'origine végétale et animale). Cette information sert également à évaluer les risques liés à l'alimentation. On trouvera aussi dans ces lignes directrices des indications se rapportant spécifiquement aux dosages des résidus dans les cultures, dans le cadre d'essais contrôlés sur le terrain, effectués au Canada et aux É.-U.

ÉVOLUTION DES LIGNES DIRECTRICES

L'évolution de ces lignes directrices s'est faite au fil des années à mesure que les scientifiques de Santé Canada les examinaient. Avant de rendre officielles toutes les données exigées sur les résidus chimiques, les scientifiques de la SEERA ont consulté les directives en vigueur dans d'autres pays qui ont une réglementation dans ce domaine et celles de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO).

On a comparé notamment les directives fournies par les É.-U., l'Allemagne, l'Australie, le Royaume-Uni et la FAO et on a dégagé les différences qu'elles renferment. Toute l'information recueillie dans les systèmes de réglementation de ces pays et de la FAO a été réunie et harmonisée au besoin, de manière à ce que les données exigées soient complètes, claires et pertinentes sur le plan scientifique.

On s'est fondé tout particulièrement sur les *Residue Chemistry Guidelines* de l'US EPA et on a tenté d'harmoniser les exigences du Canada et celles de l'US EPA en matière de données exigées.

DONNÉES EXIGÉES

Bien qu'aujourd'hui on ait de nouvelles exigences en matière de données qui sont plus rigoureuses qu'auparavant, on a déployé tous les efforts pour ne pas exiger de données inutiles.

Les données exigées, qui sont précisées dans les présentes *Lignes directrices sur les résidus chimiques*, sont celles qui sont considérées nécessaires à l'évaluation de la nature des résidus qui pourraient résulter des utilisations du produit proposées par le demandeur; ces données pourraient aussi être utilisées pour appuyer une LMR relative à des résidus dans un aliment importé.

Il est toutefois important d'indiquer que les demandeurs devraient dans bien des cas :

- consulter la DES de l'ARLA avant de commencer les études requises;
- justifier scientifiquement toute demande d'exemption de fournir certaines données.

RÉSUMÉ

Nous avons consulté de nombreux documents scientifiques pour donner aux demandeurs les directives les plus complètes, les plus claires et les plus valables sur le plan scientifique, tout en respectant les besoins des scientifiques de l'ARLA dans l'évaluation de l'information présentée.

Il faut utiliser les présentes lignes directrices dans leur totalité car il existe des renvois entre des sections. Enfin, en dépit des efforts déployés, des ressources consacrées, des consultations effectuées et de l'attention portée aux détails dans la préparation du présent document, le demandeur doit comprendre que des révisions seront apportées à mesure que les données scientifiques, les outils d'évaluation ou les stratégies d'évaluation et de gestion évolueront. Les changements apportés viseront toujours, toutefois, à renforcer les lignes directrices et à réduire le plus possible le fardeau de la réglementation.

Une liste d'acronymes utilisés dans la présente directive est fournie ci-après.

ACRONYMES

^{14}C	Carbone 14
^{3}H	Tritium
AAC	Agriculture et Agroalimentaire Canada
ALENA	Accord de libre échange nord-américain
ANSI	American National Standards Institute
AOAC	Association of Official Analytical Chemists
ARLA	Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire
ASAG	Analyse spatiale et applications géométriques
bpa	Bonnes pratiques en agriculture (minuscules = proposées)
BPA	Bonnes pratiques en agriculture
BPL	Bonnes pratiques de laboratoire
BSI	British Standards Institution
CA	Chemical Abstract
CAS	Chemical Abstract Services registry number
CCM	Chromatographie sur couche mince
CE	Concentré émulsionnable
CF	Concentré fluidifiable
CG	Chromatographie à gaz
CGL	Chromatographie gaz liquide
CLHP	Chromatographie liquide à haute performance
CSL	Concentrés solubles liquides
CSS	Concentrés solubles solides
c.v.	Coefficients de variation
DES	Division de l'évaluation sanitaire
Dpm	Désintégrations par minute
E.-T. R	Écarts-types relatifs
EQR	Étude quantitative des résidus
FAO	Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
FDA	Food and Drug Administration
FDAR	*Food and Drug Act and Regulations*
GD	Granulés dispersables
ISO	International Organization for Standardization
kg	kilogramme
LAD	*Loi sur les aliments et drogues*
LD	Limites de détermination
LMR	Limite maximale de résidus
LPA	*Loi sur les produits antiparasitaires*
LQ	Limitation de quantification
LRAD	*Loi* et *Règlement sur les aliments et drogues*
MAPR	Méthode d'analyse de plusieurs résidus
mg	milligramme
MPEET	Moyenne la plus élevée des essais sur le terrain

MS	Matières sèches
OMS	Organisation mondiale de la santé
PAB	Produits agricoles bruts
PAM	*Pesticide Analytical Manual*
PG	Pâtes granulées
PM	Poudre mouillable
ppm	parties par million
Rf	Reference factor
RFT	Résidu final total
RMN	Résonnance magnétique nucléaire
RP	Résidu préoccupant
RRT	Résidus radioactifs totaux
SD	Seuils de détection
SEERA	Section de l'évaluation de l'exposition des résidus dans les aliments
SIG	Système d'information géographique
SM	Spectrométrie de masse
SML	Scintillation en milieu liquide
UBV	Ultra bas volume
UICPA	Union internationale de chimie pure et appliquée
US EPA	United States Environmental Protection Agency
VLI	Validation par un laboratoire indépendant

BIBLIOGRAPHIE

1. *Accuracy and Precision in Methods, Letters to the Editor; The Referee, Volume 14, Number 10, (October 1990); William Horwitz, Abstracts of Papers, Part 1, 200th ACS National Meeting, Washington, DC.*

2. *Analytical Quality Control; Guidelines for Ensuring the Validity of Pesticide Residues Analysis*, Committee for Analytical Methods for Residues & Working Party on Pesticides Residues (February 1992 revision), (CAM 716), ARC Hill, Ministry of Agriculture, Fisheries & Food, Central Science Laboratory, Harpenden, Hertfordshire.

3. *Analytical Aspects of Bioequivalency Testing, Generics and Bioequivalence, (1994), RM30145 G46, CRC Press Inc., ISBN: 0849363904.*

4. *Analyzing 201 Pesticides in Fruits and Vegetables; Multiresidue Method for Pesticides by GC/MSD, Hewlett-Packard Peak, (November 1996), J. Fillion.*

5. *AOAC International Comment on Publication of Addenda for Data Reporting: Requirements for Pesticides Assessment Guidelines (N, E, and K), AOAC, N. Palmer, A. R. Hanks, Washington, D.C., U.S.*

6. *AOAC® Peer-Verified Methods Program, Manual on Policies and Procedures, (Nov. 16, 1993), AOAC International, Gaithersburg, Maryland, 35 pages.*

7. *Approaches For Estimating Human Intakes of Chemical Substances*, Can. Inst. Food Sci. Technol. J., Vol. 12, No. 1, (January 1979); S.W. Gunner, D.C. Kirkpatrick.

8. *Aspects of Pesticide Metabolite Residues in Food and Feed*, (R.D. Schmitt), Abstracts of Papers, Part 1, 200th ACS National Meeting, Washington, DC ISBN 8412-1861-7; Washington, D.C.

9. *Auditing Nature and Magnitude of the Residue in Livestock Studies (Biology Portions)*, (1991), F. E. Liew, GLP-DA-07; US - EPA/OAM/LDIAD, Washington, D.C.

10. *The Prediction of Pesticide Residues in Crops by the Optimum Use of Existing Data*, International Union of Pure and Applied Chemistry; Vol. 62, No. 2, pp.237-350, 1990.

11. *Auditing Field Studies* (Analytical Chemistry), (1991), D. E. Bradway; GLP-DA-01; US - EPA/NEIC, Denver, Colorado.

12. *Basic Terminology of Stereochemistry*, Pure, and Appl. Chemistry, Vol. 68 (12), pp. 2193-2222, 1996.

13. *Bioavailability of Bound Pesticide Residues and Potential Toxicologic Consequences-An Update*, Draft; Department of Pharmacology, Faculty of Medicine, University of Ottawa and Animal Research and Land Resource Research Center, Agriculture Canada, (1996), S. Kacew, M. H. Akhtar, S. U. Khan.

14. *Bound Pesticides Residues in Food Products*, AgriScience; (December 1994/January 1995), Dr. S. U. Khan.

15. *Bound (Nonextractable) ^{14}C Residues in Soybean Treated with [^{14}C]Metribuzin*; J. Agric. Food Chem. (1992), 40, 890-893; S. Dupont and S. U. Khan.

16. *Clarification of the Limit of Detection in Chromatography*, Chromatographia (Vol. 18, No. 9 (September 1984), J.P. Foley, J.G. Dorsey, University of Florida, Gainesville, Florida, pp. 503-511.

17. *Comments from American Crop Protection Association on the Draft Residue Chemistry Guidelines (860 Series)* (Docket No. OPP-00414), U. S. EPA, (November 14, 1995).

18. *Comments from American Crop Protection Association on the Draft Residue Chemistry Guidelines*, (November 14, 1995), U.S. Environmental Protection Agency, (860 Series) (Docket No. OPP-00414).

19. *Comparison, Applicability, and Benefits of AOAC Peer-Verified Methods Program for EPA Proposed Data Reporting Guidelines*; AOAC International, private communication, N. Palmer.

20. *Criteria For Assessment of Plant Protection Products in The Registration Procedure*, (1993), Abteilung für Pflanzenschutzmittel und Anwendungstechnik, Berlin-Dahlem 285, 125 pages, ISBN - 3489-28500X.

21. *Current Issues in Bioequivalence Trials*, S.-C. Chow, J.-P. Liu, *Drug Information Journal*, Drug Information Association Inc., Vol. 29, 1995, ISSN-0092-8615, pp. 795-804.

22. *Dietary Exposures to Selected Metals and Pesticides*, (February 1996), D. L. MacIntosh, J. D. Spengler, H. Özkaynak, L-h. Tsai, P. B. Ryan, *Environmental Health Perspectives*, Volume 104, Number 2, pp. 202-209.

23. *Drug Directorate Guidelines, Acceptable Methods*, (1994), Health Protection Branch; Health Canada, Ottawa, Canada.

24. *Drugs Directorate Guidelines, Conduct and Analysis of Bioavailability and Bioequivalence Studies, Part A: Oral Dosage Formulations Used for Systemic Effects*,

published by authority of Minister of National Health and Welfare, Health Protection Branch 1992, Cat. #H42-2/56-1992.

25. *Enantioselective Assays in Comparative Bioavailability Studies of Racemic Drug Formulations: Nice to Know or Need to Know?* (1996), Aziz Karim, ACCP Symposium on Chiral Pharmacology, *Journal of Clinical Pharmacology*, Vol 36, pp. 490-499.

26. *EPA Policy Statement on Pesticide Uses that do not Appear on Registered Labelling*, 46 FR 51745 (October 22, 1981); 40 CFR Part 162 [OPP 00149; PH-FRL-1964-8].

27. *Estimation of Uncertainty of Sampling for Analysis of Pesticide Residues*; J. Environ. Sci. Health, B31(3), 435-442 (1996) Ambrus, Budapest Plant Health and Soil Conservation Station, Budapest, Hungary.

28. *Estimation of Uncertainty of Sampling for Analysis of Pesticide Residues*, A. Arbus, J. Environ. Sci. Hlth. B31(3), pp. 435-442, (1996).

29. *Evaluation of Analytical Methods Used for Regulation of Foods and Drugs; Analytical Chemistry*, Vol. 54, No. 1, (January 1982), William Horwitz.

30. *FAO Guidelines on Pesticide Residue Trials. Guidelines on Pesticides Residue Trials to Provide Data for the Registration of Pesticides and the Establishment of Maximum Residue Limits*, (1981) Codex Committee on Pesticide Residues, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, Italy.

31. *FIFRA Accelerated Reregistration, (December 24, 1989), Phase 3 Technical Guidance*, U.S. Environmental Protection Agency.

32. *Focus on Toxicological Aspects of Pesticide Chemical Interaction in Drinking Water Contamination*, D. Cova, G. Pietro Molinari, and L. Rossini, *Ecotoxicology and Environmental Safety* Vol. 20, 1990, pp. 234-240.

33. *Future Changes in Pesticide Registration Within the EC*, (5th January 1990), edited by B. Thomas, British Crop Protection Council, 49 Downing Street, Farnham, Surrey UK. GU9 7PH (ISBN: 0-948404-40-X).

34. *Glossary of Terms Relating to Pesticides*, (1996), International Union of Pure and Applied Chemistry, Patrick T. Holland, *Pure & Appl. Chem.*, Vol. 68, No. 5, pp. 1167-1193.

35. *Guide to the Drugs Directorate Laboratory Activities Quality Assurance Program*, (1991), Health Protection Branch, Department of National Health and Welfare, Ottawa, Canada.

36. *Guide to Codex Recommendations Concerning Pesticide Residues - Part 6 Portion of Commodities to Which Codex Maximum Residue Limits Apply and Which is Analysed*, (1984) Joint FAO/WHO Food Standards Programme; Codex Alimentarius Commission. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, Italy.

37. *Guide to Codex Recommendations Concerning Pesticide Residues - Part 8 Recommendations for Methods of Analysis of Pesticide Residues* - Third Edition; Joint FAO/WHO Food Standards Programme; Codex Alimentarius Commission (1986), Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, Italy.

38. *Guide to Codex Recommendations Concerning Pesticide Residues - Part 9; Recommended National Regulatory Practices to Facilitate Acceptance and Use of Codex Maximum Limits for Pesticide Residues in Foods*, Joint FAO/WHO Food Standards Programme; Codex Alimentarius Commission, (1985), Food and Agriculture Organization of the United Nations. World Health Organization, Rome, Italy.

39. *Guide to Codex Maximum Limits for Pesticide Residues - First Issue*, (1978) Joint FAO/WHO Food Standards Programme, Codex Alimentarius Commission, United Nations Environment Programme, CAC/PR 1-1978, Rome, Italy.

40. *Guidelines on Producing Pesticide Residues Data from Supervised Trials*, (1990), Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, Italy.

41. *Guidelines for Exposure Assessment*, Federal Register, Vol. 57, No. 104, (1992); Environmental Protection Agency 141 [FRL-4129-5].

42. *Guidelines for Collaborative Study Procedure to Validate Characteristics of a Method of Analysis, Guidelines for Collaborative Study Procedures*: J. Assoc. Off. Anal. Chem. (Vol. 71. No. 1, 1988), pp. 161-172.

43. *Guidelines for Data Acquisitions and Data Quality Evaluation in Environmental Chemistry*, *Journal of Association of Official Analytical Chemists*, Vol. 73(2), 1990.

44. *Guidelines for Processing Studies*, (March 1993), Marc Buys, Gabriele Timme, Jean-Claude Tournayre, Birgitt Walz-Tylla, Roger Whiteoak, ECPA Residue Task Force.

45. *Guidelines on Pesticide Residue Trials to Provide Data for the Registration of Pesticides and the Establishment of Maximum Residue Limits*; *FAO Plant Protection Bulletin*, Vol. 29, No.1/2; Food and Agriculture Organization of the United Nations, (1981), Rome, Italy.

46. *Guidelines for Rotational Crop Studies*, (September 1993), Marc Buys, Gabriele Timme, Jean-Claude Tournayre, Roger Whiteoak, ECPA Residue.

47. *Guidelines for the Pre-registration Testing of Plant Protection Products. (Part IV),* (January 1990), *Testing of the Behaviour of Residues - General Recommendations for the Design, Preparation and Realization of Residue Tests*, published by the Department for Plant Protection Products and Application Techniques of the Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry, Brunswick, Federal Republic of Germany.

48. *Guidelines for the Human Food Safety Evaluation of Bound Residues Derived from Carcinogenic New Animal Drugs*, (1990), U.S. Department of Health & Human Services, Dr. N. Weber, Public Health Services, Food and Drug Administration, Rockville, MD.

49. *Guidelines for the Establishment of Community Maximum Residue Levels (MRLs) of Plant Protection Products in Food and Feedstuffs of Plant and Animal Origin - Final Report,* (January 1993), Dr. Jörg-Rainer Lundehn, Federal Biological Research, Centre for Agriculture and Forestry, Germany.

50. *Guidelines on Producing Pesticide Residues Data from Supervised Trials*, (1990) Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome.

51. *Guidelines for the Preregistration Testing of Plant Protection Products Part IV 3-3.4,* (December 1990); *Testing of the Behaviour of Residues - Studies in Grape Must and Wine*; Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry, Federal Republic of Germany.

52. *Guidelines for the Accreditation of Pesticide Residue Testing Laboratories*, [Interpretation and Amplification of CAN-P-4 (General Requirements for the Accreditation of Calibration and Testing Laboratories)], The Standards Council of Canada (1995).

53. *Guidelines for the Preregistration Testing of Plant Protection Products Part IV3-3*, (January 1990); *Testing of the Behaviour of Residues General Recommendations for the Design, Preparation and Realization of Residue Tests*; Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry, Federal Republic of Germany.

54. *Guidelines for the Preregistration Testing of Plant Protection Products Part IV 3-1; Testing of the Behaviour of Residues General Observations Concerning the Manner and Coverage of the Required Investigations and Supporting Documentation*, (May 1990); Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry, Federal Republic of Germany.

55. *Guidelines for the Preregistration Testing of Plant Protection Products Part IV 3-6,* (January 1990)*; Testing Residue Behaviour; Evaluation of Residue Documents: Proposals for Pre-harvest Intervals and Maximum Residue*; Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry, Federal Republic of Germany.

56. *Guidelines for the Preregistration Testing of Plant Protection Products Part IV 3-4*, (June 1990); *Testing Residue Behaviour - Residue Test on Processed Plant Products (Processing guideline);* Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry, Federal Republic of Germany.

57. *Health Effects Test Guidelines OPPTS 870.7485 Metabolism and Pharmacokinetics*, (August 1995), United States Environmental Protection Agency, Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7101).

58. *Hydrolytic Stability of Chemicals-a Comparison of EPA and OECD Protocols and Suggestions for a Combined Universal Method*, B. T. Grayson; Pestic. Sci., 1986. pp. 17, 277-286.

59. *Implementation of a Good Laboratory Practice Program in Canada*, 200th ACS meeting, Washington, DC (Aug. 1990).

60. *Interim Guideline Edition No. 1 - Residue Guideline No. 1 to 11, Animal Transfer Studies*, August 1995, Draft, Private Communication with R. Eichner, Australia New Zealand Food Authority, Canberra, Australia, Oct. 95.

61. *International Conference on Harmonisation: Guideline on the Validation of Analytical Procedures: Methodology; Availability*, Notice (Docket No. 96D-0030), *Federal Register*, (Vol. 61, (46), 1996), Notices, Food and Drug Administration, Department of Health and Human Services.

62. *International Conference on Harmonisation: Guidelines on Validation of Analytical Procedures: Definitions and Terminology: Availability*, (Docket No. 94D-0016), *Federal Register,* (Vol. 60 (40), 1995), Notices, Food and Drug Administration, Department of Health and Human Services.

63. *International Conference on Harmonisation; Draft Guideline on the Validation of Analytical Procedures; Methodology; Availability*, (March 6, 1996), U.S. Department of Health and Human Services; Food and Drug Administration; Federal Register; Vol. 61, No. 46, Docket No. 96-5296.

64. *Investigations with Selected Plant Protection Products to Ascertain Comparability of Residue Behaviour in Various Crop Commodities*, (July 1990), J.R. Lundehn, H.G. Nolting, H. Parnemann, J. Siebers, J. A., B. Krebs, G. Timme, H.F. Walter, Berlin, Germany.

65. *Issues in* Bioequivalence: An Industrial Scientist's Perspective, (1994), P. K. Narang., ISBN: 08493-6930, by CRC Press, Inc.

66. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part II: Storage Stability of Residue Samples*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

67. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part VI:Tests for Residues in Water*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, P. Hertl, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, F. Schmider, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

68. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part V: Studies on Degradation in Soil*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, P. Hertl, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, F. Schmider, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

69. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part I: Studies with plants; A: General Part*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

70. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part I: Studies with plants; B: Special Part*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

71. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part IV: Feeding Studies With Farm Animals*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, P. Hertl, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

72. *IVA-Guidelines, Residue Studies, Part III: Processing Studies With Crops*, (1992), P. Beutel, H. Frehse, B. Krebs, H. Morgenthaler, H.-J. Scheuermann, G. Timme, Industrieverbrand Agrar e. V., Fachbereich Pflanzenschutz, KarlstraBe 21, 603269 Frankfurt, Germany.

73. Joint FAO/WHO Food Standards Programme; Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling; Nineteenth Session; *Criteria for Evaluating Acceptable Methods of Analysis for Codex Purposes; Methods of Analysis or Method Criteria?* (January 1994), Food and Agriculture Organization of the United Nations.

74. *Limit of Detection, A Closer Look at the IUPAC Definition*; Analytical Chemistry, Vol. 55, No. 7, (June 1983), Gary L. Long, J.D. Winefordner, American Chemical Society, pp. 712-720.

75. *Manufacture of Optically Active Materials: an Agrochemicals Perspective*, (1996), John Crosby, Process Development Department, Pesticide Science, Vol. 46, pp.11-31.

76. *Metabolism in Food-producing Animals: Objectives, Study Design, Unique Features*, N.E. Weber and S.K. Collinger, from *The Mammalian Metabolism of Agrochemicals* (edited by D.H. Hutson, G. D. Paulson) Vol. 8, Progress in Pesticide Biochemistry and toxicology, John Wiley and Sons. (ISBN 0-471-95155-2).

77. *Modern Standards in Pesticide Metabolism Studies*, 1986 British Crop Protection Conference - Pests and Diseases, R. Huber, Thornton Heath, Surrey, BCPC Publications. pp. 449-457.

78. *MRLs in the World Market: Trade Issues*, (1994), E. Celma, A. Yagüe, M. Freund, U. Golner, N.F. Ives, W.J. Murray, S.S. Wong, C.H. Humg, Zhuang Wu-ji, Liu Sheng-ming, J.E. Reeve.

79. *Occurrence of Pesticide Residues in Selected Agricultural Food Commodities Available in Canada*, E. Neidert, P. W. Saschenbrecker, *Journal of AOAC International*, Vol. 79, No. 2 (1996); pp. 549-566.

80. *OPP Comments on Proposed AEIC Guidelines for Acceptance of Data From Immunochemistry Methods*, (October 27, 1993), U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C.

81. *Overview of Subdivision O: Residue Chemistry Guidelines*, (1989) Phase 3 Technical Guidance, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C.

82. *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry*, U.S. Environmental Protection Agency (July 1992).

83. *Pesticide Tolerances; Revision of Crop Groups*, (1995), U.S. Environmental Protection Agency, 40 CFR Part 180, [OPP-300269A; FRL-4939-9] RIN 2070-AB78.

84. *Pesticide Assessment Guidelines Subdivision O: Residue Chemistry*, U.S. Environmental Protection Agency, Office of Pesticide and Toxic Substances, (October 1982), R.D. Schmitt.

85. *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry/Follow-up Guidance For; Updated Livestock Feeds Tables, Aspirated Grain Fractions (Grain Dust): A Tolerance Perspective, Calculating Livestock Dietary Exposure, Number of Location of Domestic Crop Field Trials*; U.S. Environmental Protection Agency, Prevention, Pesticides and Toxic Substances (H7508W) EPA 738-K-94-001 (June 1994).

86. *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry/Environmental Fate Follow Up Guidance For Conducting Rotational Crop Studies*, (February 1993), U.S. Environmental Protection Agency, Prevention, Pesticides, and Toxic Substances, (EPA 738-B-93-001, H7508W).

87. *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry/Follow-up Guidance For; Generating Storage Stability Data; Submission of Raw Data; Maximum Theoretical Concentration Factors; Flowchart Diagrams*, U.S. Environmental Protection Agency, Prevention, Pesticides and Toxic Substances (February 1993) (H7508W) EPA 737-R-93-001.

88. *Pesticide Field Residue Trials Guidelines and General Procedures for Good Laboratory Practices Environmental Chemistry Section*, (April 7, 1989), S.L. Harrison, J.P. Wargo, D.M. Mason, Rhone-Poulenc Ag Company, Environmental Chemistry Section, 65 pages.

89. *Pesticide Assessment Guidelines, Subdivisions N,E and K, Guideline for the Independent Laboratory Validation of Environmental Chemistry Methods*, D. A. Marlow, D. D. McDaniel, A. E. Dupuy, Jr., E. M. Leovey.

90. *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry, Follow-up, Guidance for: Conducting Plant and Livestock Metabolism Studies*, (July 1992), United States Environmental Protection Agency, (EPA/738-B-92-001)

91. *Pesticide Registration Data Requirements*, (September 14, 1994), U.S. Environmental Protection Agency, Office of Pesticides and Toxic Substances, RIN # 2070-AC12 [OPP-33005; FRL-3798-41] 40 CFR Part 158.

92. *Pesticide Assessment Guidelines Subdivision O; Residue Chemistry*, (October 1982), by Richard D. Schmitt, & Robert K. Hitch United States Environmental Protection Agency, Office of Pesticides and Toxic Substances, Washington DC 20460, (EPA-540/9-82-023).

93. *Pesticides; Limited Testing Finds Few Exported Unregistered Pesticide Violations on Imported Food*, (October 1993), United States General Accounting Office (GAO/RCED-94-1), Report to the Chairman, Committee on Agriculture, Nutrition, and Forestry, U.S. Senate.

94. Pesticides; A Comparative Study of Industrialized Nations' Regulatory Systems, (July 1993), United States General Accounting Office, Report to the Chairman, Committee on Agriculture, Nutrition, and Forestry, U.S. Senate.

95. *Plant-Pesticides Subject to the Federal Insecticide, Fungicide, and Rodenticide Act*, Environmental Protection Agency, [OPP-300369; FRL-4755-3] RIN # 2070-AC02; (November 23, 1994).

96. *Practical Protocols for the Laboratory*, 200th ACS Meeting, Washington, D.C. (1990), G. Burnett, CIBA-CEIGY Corporation, Agricultural Division, Greensboro, NC.

97. *Product Chemistry from the Formulation Perspective*, by J.F. Wright, Abstract of Papers, Part 1, 200th, ACS National Meeting, Washington, D.C.

98. *Product Properties Test Guidelines OPPTS 830.1550 Product Identity and Composition*, (July 1995), U.S. Environmental Protection Agency, Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7101) EPA 712-C-95-006.

99. Product Properties Test Guidelines OPPTS 830.7550 Partition Coefficient (n-0ctanol/H_2O), Shake-flask Method, (July 1995), U.S. Environmental Protection Agency, Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7101) EPA 712-C-95-038.

100. *Progress in Harmonization of Bioavailability and Bioequivalence Standards*, I.J. McGilveray, Canadian Federal Department of Health, Health Protection Branch, Bureau of Drug Research, 1993.

101. *Protocols for Field Studies*, M.S. Barge, FMC Corporation Princeton, N.J. (1990), Abstracts of Papers, Part 1, 200th, ACS National Meeting, Washington, D.C. ISBN; 8412-1861-7.

102. *Quality Control in Water Analyses. The Definitions and Principles Underlying the Practice of Quality Control Need to be Critically Evaluated*, C. J. Kirchmer, American Chemical Society, Environmental Science & Technology; Vol. 17, No. 4 (1983) 8 pages.

103. *Quality Control: Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents*, W. Horwitz, L. R. Kamps, and K. W. Boyer, Food and Drug Administration, Bureau of Foods, Association of Official Analytical Chemists, Inc., Vol. 63(6), 1980, ISBN 0004-5756.

104. *Recommended Approaches to the Production and Evaluation of Data on Pesticide Residues in Food*, (1982), IUPAC Reports on Pesticides (16), prepared for publication by J.A.R. Bates, Plant Production & Protection Division, FAO, Rome, Italy, Pure & Appl. Chem., Vol. 54, No. 7, pp. 1361-1450.

105. *Regulatory Aspects of Bound Residues (Chemistry); Residue Reviews, Volume 97; (1986), M. F. Kovacs, Jr.*

106. *Report of Working Group 6 "Validation of Test Methods" ILAC Committee 3*, (1993), Dr. Reuter, The Hague, NL.

107. *Report of the Committee on Collaborative* Interlaboratory *Studies*, J. Assoc. Off. Anal. Chem. (Vol. 67. No. 2, 1984) pp. 432-440.

108. *Request of Comments on the Proposed Draft General Guidelines on Sampling at Step 3*, (November 1996), Codex Alimentarius Commission, Food and Agriculture Organization of the United Nations, World Health Organization.

109. *Request for Comments on Methods of Analysis and Sampling for Pesticide Residues*, (July 1996), Codex Alimentarius Commission, Food and Agriculture Organization of the United Nations, World Health Organization, CL 1996/16 - PR.

110. *Residue Chemistry Guidelines*, (October 1982), U.S. Environmental Protection Agency, Pesticide Assessment Guidelines Subdivision O, Residue Chemistry, EPA Report #540/9-82-023.

111. *Residue Chemistry Guidelines*, (August 1996), U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS 860. 1000 -1900, EPA 712-C-96-174.

112. *Response to Request for Comment from EPA Office of Science and Technology - Office of Water: Approaches to Streamlining Analytical Approval of Methods at 40 CFR 136 and Flexibility in Existing Test Methods*; (1995); AOAC International; N. Palmer.

113. *Revised Policy on Label Claims for Tank Mixing*, PR Notice 82-1; U.S. Environmental Protection Agency; Office of Pesticides and Toxic Substances; (1982).

114. *Standard Operating Procedure for Writing Protocols for Residue Studies*, (1992), Rhone-Poulenc Ag Company, Environmental, 29 pages.

115. *Standard Operating Procedures for Field Studies*, J. P. Ussary, ICI Americas, Inc., Agricultural Products Group, Goldsboro, NC.

116. *Stereochemical Considerations in Bioavailability Studies*, (1994), W. R. Ravis, and J.S. Owen, from *Generics and Bioequivalence*, edited by A. J. Jackson, (Chapter 7) IBSN: 08493-6930-4/94, CRC Press Inc.

117. *Study Concerning the Application of Article 10.1 and 10.2 of Directive 91/414/EEC Incorporating Draft Guidelines and Forms for Applicants and for the Competent Authorities of the Member States (Mutual Recognition of Tests, Analyses, Studies and Authorizations*, (September 1996), private communication, M. R. Lynch, Dublin, Ireland.

118. *Symposium on GLPs: Practical Applications for Laboratory and Field Studies, Livestock Studies*, G. J. Marco, R. A. Novak, J. H. Hochman, Marco-Tech, Greensboro, NC, Abstract of Papers, Part 1, 200th, ACS National Meeting, Washington, D.C.

119. *Tests on the Amount of Residue Remaining*, 40 CFR Ch. 1 (7-1-94 Edition), U.S. Government Printing Office.

120. *The Definition and Estimation of the Detection Limit*;, (November 1992), Canadian Association for Environmental Analytical Laboratories (CAEAL) Inc.

121. *The OECD Principles of Good Laboratory Practice, OECD Series on Principles of Good Laboratory Practice and Compliance Monitoring*, Number 1, Environment Directorate, (1992). Organisation for Economic Co-Operation and Development, Environment Monograph No. 45.

122. *The FDA Perspective on the Development of Stereoisomers*, Wilson H. DeCamp, Division of Anti-Infective Drug Products, Food and Drug Administration, Rockville, Maryland, (1989) A. R. Liss, Inc., Chirality, Vol. 1, pp.2-6.

123. *Tolerance Enforcement Methods - Independent Laboratory Confirmation by Petitioner*, (1988), D. P. Wright, Jr., U.S. Environmental Protection Agency, Office of Pesticides and Toxic Substances, Beltsville, Md., U.S.

124. *Validation of Methods Used In Crisis Situations: Task Force Report*, H. B.S. Conacher, Health and Welfare Canada, Health Protection Branch, Food Research Division, *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, Vol. 73(2), 1990.

125. *Validation of Pesticide Residue Methods in Support of Registration, Aspects of the Environmental Protection Agency's Laboratory Program*, W. R. Bontoyan, ACS Symposium Series 446, *Pesticide Residues and Food Safety : A Harvest of Viewpoints*, © 1991 American Chemical Society, 0097-6156.

126. *Validation of Analytical Methods for Pesticide Residues and Confirmation of Results*, H.B.S. Conacher, Food Research Division, Bureau of Chemical Safety, Food Directorate, Health Protection Branch, Health and Welfare Canada, October 1988.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 1

IDENTIFICATION DES PRODUITS CHIMIQUES

1.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux données exigées en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif. Elle doit être utilisée conjointement avec les *Lignes directrices sur les produits chimiques*, projets de directive d'homologation (ou directives de remplacement) Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré* et Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués*.

1.2 Introduction

L'Agence a besoin d'information pour identifier exactement les constituants d'un mélange technique, pour comparer les compositions des substances d'essai, c.-à-d. les matières actives, dans tous les essais chimiques et toxicologiques requis, et pour identifier les composés autres que les matières actives qui pourraient être visés par la réglementation, c.-à-d. qui exigeraient la définition d'une limite maximale de résidus (LMR) ou une exemption.

1.3 Les produits chimiques (y compris les produits antiparasitaires)

Les données requises pour identifier les composés sont essentiellement les mêmes que celles indiquées dans les projets de directive d'homologation Dir98-04 et Dir98-03 (ou les directives de remplacement) qui portent respectivement sur les données chimiques requises pour la matière active de qualité technique et le produit final. Outre les données exigées par les *Lignes directrices sur les produits chimiques*, la demande doit comprendre une évaluation des impuretés qui pourraient présenter des résidus préoccupants. Lorsqu'une impureté est susceptible de représenter un résidu préoccupant dans un aliment pour les humains ou pour les animaux, il faut fournir les données concernant le résidu de cette impureté, comme l'exigent les sections 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage* à 10, *Aliments transformés destinés à la consommation humaine ou animale*. Pour déterminer s'il faut fournir des données sur le résidu d'une impureté, il faut se baser sur la stabilité, la toxicité et la détectabilité de l'impureté.

1.4 Information requise pour d'autres produits chimiques et adjuvants

Les adjuvants d'une formulation doivent être identifiés complètement : noms chimiques et noms commerciaux. Les numéros du Chemical Abstract (CAS) doivent être indiqués le cas échéant. Les noms chimiques doivent être présentés de la même façon que pour les adjuvants, comme il est décrit dans la directive d'homologation de l'ARLA Dir93-15 *Critères d'homologation des adjuvants*. Lorsque le demandeur ne connaît que le nom commercial du produit, il doit demander au fournisseur de l'adjuvant de faire parvenir directement à l'ARLA une description du produit, notamment le nom CAS, la structure,

le degré de pureté et la nature de l'adjuvant. Lorsqu'un adjuvant n'a pas encore été autorisé, il faut le mentionner et présenter une demande d'autorisation comme il est décrit à la section 11, *LMR proposées*.

1.5 Références

1. Directives d'homologation de l'ARLA,

   Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré.*

   Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués.*

2. Directive d'homologation Dir93-15, *Critères d'homologation des adjuvants*, 28 octobre 1993.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 2

NATURE DES RÉSIDUS — VÉGÉTAUX, ANIMAUX D'ÉLEVAGE

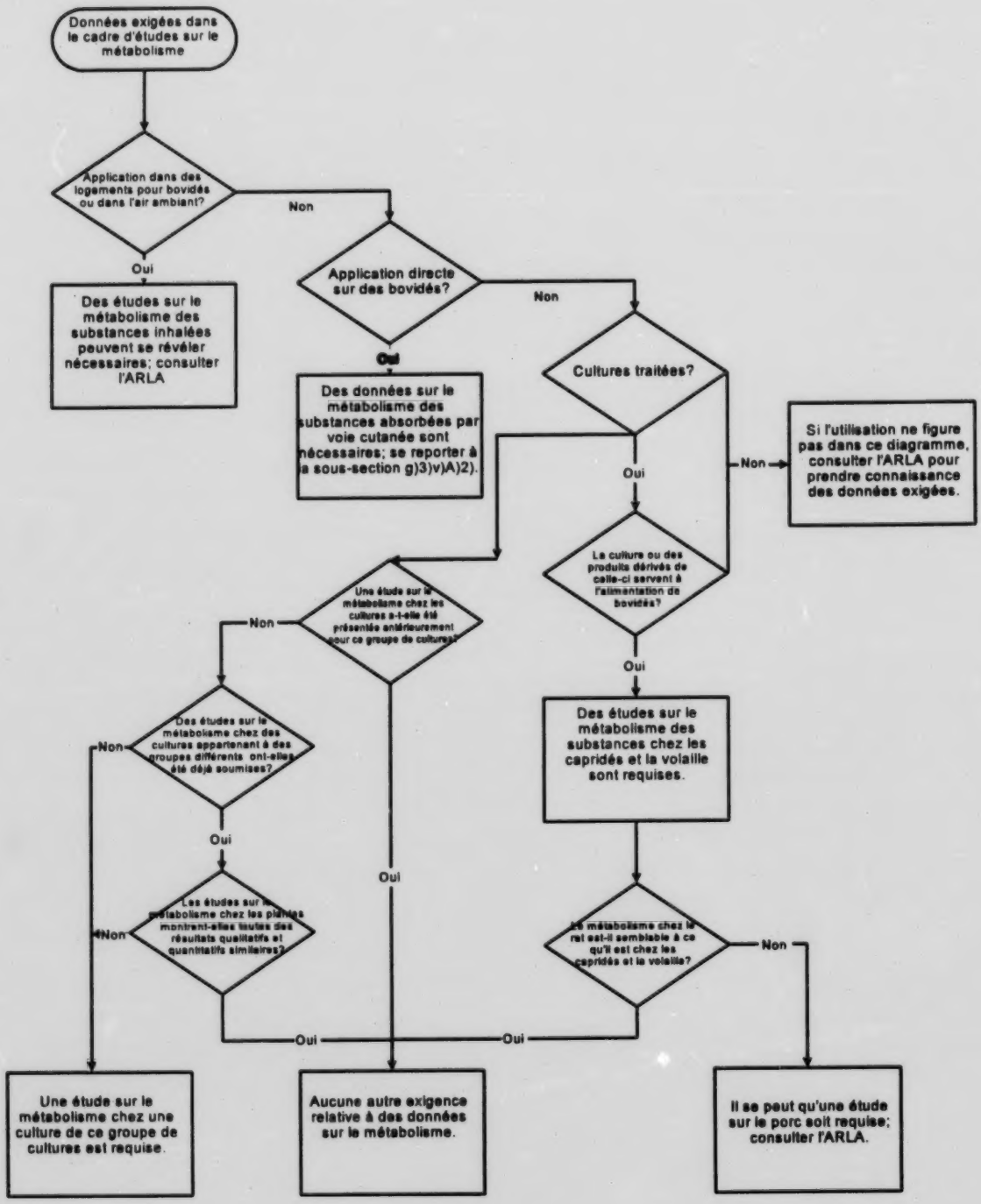
2.1 Préface

La présente ligne directrice décrit les données exigées en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif et de la *Loi relative aux aliments du bétail.*

2.2 But

Les études métabolique sur les pesticides servent à déterminer qualitativement et quantitativement la transformation métabolique des matières actives, leur translocation et leur élimination; elles nous permettent d'examiner ce qu'il advient d'un pesticide appliqué aux végétaux ou aux animaux d'élevage. Nombre de pesticides se transforment (biologiquement ou non) et se dégradent au moment de leur application sur le sol, dans l'eau, sur les cultures et les animaux d'élevage, ou par la suite. Il faut donc déterminer la nature (la composition) du résidu final pour pouvoir développer des méthodes complètes de détection et de détermination quantitative des résidus. Pour cela, on doit marquer le pesticide au moyen d'un atome radioactif afin de suivre la translocation/l'élimination du composé étudié et de déterminer le profil qualitatif et quantitatif de la matière active initiale et de ses métabolites chez les végétaux et chez les animaux d'élevage. Une bonne caractérisation/identification des résidus dépend de nombreux facteurs. Chez les végétaux il faut ordinairement procéder à des études métaboliques chez au moins trois cultures différentes (sauf si le pesticide doit être employé uniquement sur une ou deux cultures du même type, p.ex., des légume-tubercules, des légumineuses, des oléagineux). Lorsque le métabolisme du pesticide est similaire (voies métaboliques et principaux métabolites) dans trois différents types de cultures (dont les propriétés culturales sont franchement distinctes), on suppose alors qu'il l'est avec les autres types de cultures. Lorsque le pesticide est appliqué à des cultures servant à l'alimentation des animaux d'élevage ou lorsqu'il est destiné au traitement de ces animaux, on doit alors procéder à des études chez des animaux en plus des études chez des végétaux. En général, les études chez les animaux sont faites sur des ruminants (chèvres), et sur la volaille (poulets).

Le diagramme suivant présente les exigences en matière de données sur le métabolisme pour les végétaux et les animaux d'élevage.


Données exigées dans le cadre d'études sur le métabolisme
Application dans des logements pour bovidés ou dans l'air ambiant?
Non
Oui
Des études sur le métabolisme des substances inhalées peuvent se révéler nécessaires; consulter l'ARLA
Application directe sur des bovidés?
Non
Oui
Des données sur le métabolisme des substances absorbées par voie cutanée sont nécessaires; se reporter à la sous-section g)3)v)A)2).
Cultures traitées?
Non
Si l'utilisation ne figure pas dans ce diagramme, consulter l'ARLA pour prendre connaissance des données exigées.
Oui
La culture ou des produits dérivés de celle-ci servent à l'alimentation de bovidés?
Oui
Des études sur le métabolisme des substances chez les capridés et la volaille sont requises.
Une étude sur le métabolisme chez les cultures a-t-elle été présentée antérieurement pour ce groupe de cultures?
Non
Des études sur le métabolisme chez des cultures appartenant à des groupes différents ont-elles été déjà soumises?
Non
Oui
Les études sur le métabolisme chez les plantes montrent-elles toutes des résultats qualitatifs et quantitatifs similaires?
Non
Oui
Oui
Le métabolisme chez le rat est-il semblable à ce qu'il est chez les capridés et la volaille?
Non
Oui
Une étude sur le métabolisme chez une culture de ce groupe de cultures est requise.
Aucune autre exigence relative à des données sur le métabolisme.
Il se peut qu'une étude sur le porc soit requise; consulter l'ARLA.

2.3 Introduction

2.3.1 Généralités

i) Les résultats obtenus in vitro sont utiles pour déterminer si le pesticide est susceptible de s'hydrolyser (hydrolyse acide, basique ou enzymatique), de s'oxyder ou d'être réduit, photolysé ou autrement transformé, mais il faut ordinairement présenter d'autres données pour établir le devenir dans l'environnement du produit et ses effets sur les plantes et les animaux. Il faut tenir de telles études métaboliques toutes les fois où il est établi qu'un pesticide est appliqué sur des produits alimentaires. Sur la foi des résultats de caractérisation/identification, le demandeur doit proposer une définition chimique du « résidu préoccupant » (RP) et le Comité sur le métabolisme mis sur pied par l'Agence doit la confirmer. L'expression « résidu préoccupant » décrit l'ensemble du pesticide initial et de ses produits de dégradation, de ses métabolites et des impuretés qui sont sources de préoccupations sur le plan toxicologique. Normalement, tous les constituants du RP sont inclus dans l'expression de la limite maximale de résidus (LMR) du pesticide considéré, et des méthodes d'analyse des résidus doivent être développées de manière à tenir compte de tous les constituants du RP. En outre, aux termes de la Division 15 (B15.002(1)) des LRAD, lorsque la concentration d'un (de) résidu(s) dépasse 0,1 ppm, le(s) résidu(s) en question doi(ven)t être inclus dans le RP pouvant faire l'objet d'une exemption en vertu de la Division 15(B15.002(2)) des LRAD. Par ailleurs, une exemption peut être accordée si le demandeur parvient à établir, au moyen d'études scientifiques, que le résidu est qualitativement et quantitativement identique à un composé naturel.

ii) Souvent, l'identification des constituants du résidu final et la définition du RP soulèvent des problèmes complexes qu'on doit résoudre avant d'en arriver à des méthodes d'analyse finale et d'amasser des données quantitatives sur le résidu. Le demandeur voudra peut-être consulter les chimistes et les toxicologues de l'Agence pour vérifier si le résidu a été caractérisé/identifié adéquatement, quels métabolites doivent être inclus parmi les composés visés par la LMR et quels constituants du résidu doivent être déterminés au moyen des méthodes d'analyse du résidu. Pour savoir si le résidu a été caractérisé/identifié adéquatement, on vérifiera le degré d'activité des constituants non identifiés, on tiendra compte de l'importance, sur le plan des apports alimentaires pour les végétaux ou pour les animaux, du produit végétal ou animal contenant les constituants non identifiés, on examinera la structure chimique de la matière active et de ses métabolites identifiés, et on vérifiera la toxicité de composés chimiques de structure semblable à celle des métabolites possibles.

iii) Le demandeur doit esquisser, de préférence sous forme schématique, les voies de dégradation ou le métabolisme du résidu, chez les plantes et chez les animaux, et indiquer clairement l'efficacité de la ou des méthodes d'analyse pour doser les constituants du résidu dans le produit agricole brut (PAB)/échantillon et dans le

résidu d'une extraction classique, c.-à-d. dans la fraction fixée. Il doit fournir des photographies ou des autoradiogrammes de chromatographie sur couche mince (CCM), des chromatogrammes de chromatographie sur papier ou des autoradiogrammes des végétaux traités avec des pesticides marqués. Ces renseignements faciliteront considérablement l'évaluation des résultats. Le demandeur doit aussi fournir, sous forme d'imprimé et en WP, le profil métabolique des structures chimiques décrivant les chaînes de transformation. En outre, il doit indiquer les noms attribués aux composés par le CAS et par l'UICPA dans un tableau à entrées numérotées renvoyant aux structures identifiées dans le profil par des chiffres romains (se reporter aux directives d'homologation Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré* et Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués*).

iv) Le demandeur doit rester à l'affût de métabolites nouveaux ou imprévisibles du pesticide susceptibles de modifier les valeurs recommandées pour la LMR. Lorsque la structure d'un métabolite ou d'un produit de transformation est identique à un autre pesticide chimique homologué, le demandeur doit en informer l'Agence.

2.3.2 *Nature du résidu dans les végétaux*

i) Pour des raisons de commodité, l'expression « métabolisme du résidu chez les végétaux » sert ici à décrire la formation de tous les produits de transformation du pesticide en surface ou à l'intérieur des végétaux, que ces produits soient le résultat de processus métaboliques dans les plantes ou non. Pour que des études métaboliques chez des végétaux soient adéquates, elles doivent remplir à tout le moins les quatre fonctions suivantes :

A) Elles conduisent à une estimation du résidu radioactif final total dans les cultures traitées.

B) Elles identifient les principaux constituants du résidu final; elles indiquent par le fait-même quels constituants il faut chercher lors des études quantitatives du résidu.

C) Elles indiquent la répartition des résidus, p.ex., elles indiquent si le pesticide est absorbé par les racines ou par le feuillage, s'il se produit une translocation ou encore si les résidus restent uniquement en surface.

D) Elles démontrent l'efficacité des méthodes d'extraction des différents constituants du résidu.

ii) Il faut soumettre une étude métabolique pour chaque type de plantes à traiter avec le pesticide. Le demandeur doit aussi fournir l'une des cultures représentatives des groupes de cultures (section 15, *Groupes de cultures*) si la culture traitée y est énumérée ou s'il prévoit établir une LMR pour le groupe de cultures. Par exemple, celles chez le haricot seraient représentatives du métabolisme du résidu chez toutes les légumineuses, mais elles ne seraient pas valables pour les légumes-racines comme la pomme de terre ou la carotte. En général, une étude métabolique est requise par groupe de cultures, conformément à la section 15, *Groupes de cultures*.

iii) Lorsque les résultats de trois études métaboliques chez des cultures différentes montrent l'existence d'une voie métabolique semblable dans les trois cultures, il n'est pas nécessaire de procéder à d'autres études métaboliques. On incite le demandeur à consulter l'Agence pour savoir chez quelles cultures effectuer les études métaboliques lorsque plusieurs produits peuvent être traités avec le pesticide, de manière à ce que les principaux produits alimentaires soient représentés dans les études choisies et approuvées.

2.3.3 Nature du résidu chez les animaux d'élevage

i) Ces études ont pour objectif de déterminer la nature du résidu dans les tissus comestibles des animaux d'élevage, le lait et les oeufs. Il faut procéder à des études métaboliques chez les animaux toutes les fois qu'un pesticide est utilisé directement sur des animaux d'élevage, sur des cultures ou sur des parties de plantes cultivées servant à alimenter ces animaux, ou encore lorsqu'il est appliqué dans des locaux logeant ces animaux. Pour savoir si des sous-produits de cultures sont utilisés comme aliments pour animaux, consulter le tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*.

ii) En général, les données sur le métabolisme d'un pesticide chez des animaux de laboratoire, qui sont requises en vertu de la section des présentes lignes directrices portant sur la toxicologie, ne peuvent remplacer les données obtenues chez des animaux d'élevage. Celles sur les animaux de laboratoire doivent servir à confirmer le profil métabolique général du résidu chez les animaux. Elles peuvent cependant être reproduites ou citées en référence dans la section de la demande décrivant les propriétés chimiques du résidu, de manière à rendre possible une comparaison du métabolisme du résidu chez plusieurs espèces. Dans certains cas, ces données peuvent compléter les études métaboliques chez les animaux d'élevage qui ne parviennent pas à fournir une caractérisation/identification complète du résidu.

iii) En général, on doit procéder à des études distinctes sur les ruminants et sur la volaille. Ordinairement, la chèvre et le poulet sont recommandés. Des études sur des animaux autres que des ruminants (le porc) peuvent être nécessaires si le métabolisme du résidu chez le rat diffère sensiblement de celui déterminé chez la chèvre ou le poulet. En outre, d'autres études seront peut-être nécessaires s'il est

proposé d'appliquer le pesticide aux animaux d'élevage par inhalation ou par contact dermique. Ces études additionnelles doivent tenir compte de l'utilisation proposée du pesticide de manière à ce qu'il soit possible de déterminer si l'exposition par voie dermique ou par inhalation met en jeu les mêmes voies métaboliques que l'exposition par ingestion.

iv) La dose minimale appliquée dans les études chez les animaux d'élevage doit correspondre approximativement au niveau d'exposition prévu par ingestion lorsqu'on administre aux animaux des aliments contenant le résidu en quantité égale à la LMR existante, recommandée ou anticipée sur les cultures; ou encore, la dose minimale doit correspondre à la dose recommandée pour le traitement direct des animaux. Ordinairement, on applique des doses en excès pour obtenir une concentration tissulaire du résidu suffisante pour le caractériser et l'identifier; il faut néanmoins veiller à ne pas appliquer des doses qui altèrent le profil métabolique du résidu. De toute manière, il faut appliquer une dose du résidu égale à au moins 10 ppm (10 mg parkg) d'aliments dans la ration des animaux d'élevage exposés par voie orale. Les ovins, les porcins, les chèvres et la volaille doivent ingérer des doses quotidiennes pendant au moins trois jours. Pour les études d'exposition par voie orale, les matières administrées ne doivent pas être constituées d'un mélange de la matière active et des métabolites d'origine végétale. Dans la majorité des cas, ces études doivent être basées sur l'administration du seul pesticide initial. Lorsqu'il est constaté que les métabolites d'origine végétale diffèrent de ceux d'origine animale, il peut être nécessaire de réaliser une étude séparée dans laquelle on administrera aux animaux d'élevage un métabolite uniquement d'origine végétale, en plus de l'étude réalisée avec le pesticide initial. L'exposition des animaux par traitement direct doit refléter l'utilisation projetée du pesticide quant au mode d'administration et à la matière administrée.

v) L'Agence déconseille fortement la pratique consistant à exposer les animaux d'élevage à un prétraitement parce que des changements possibles de l'activité spécifique du composé initial et de ses métabolites peuvent donner lieu à une baisse de la radioactivité dans les tissus, le lait et les oeufs; cela masquerait l'importance du transfert du résidu et empêcherait d'identifier les constituants du résidu final. En outre, les différences qui en résulteraient sur le plan de l'activité spécifique des constituants du résidu radioactif total pourraient rendre difficile la comparaison des quantités relatives du produit initial et des métabolites. Cependant, l'Agence étudiera cas par cas les études où les animaux ont été prétraités. Si la radioactivité est faible au point d'empêcher l'identification des résidus, l'étude devra être reprise sans prétraitement.

vi) Les animaux doivent être sacrifiés dans les 24 heures qui suivent l'arrêt de l'exposition.

vii) Le lait et les oeufs doivent être prélevés deux fois par jour. Dans les tissus à analyser, il faut inclure au moins des échantillons provenant des muscles, du foie, des reins (ruminants seulement) et du tissu adipeux. Il arrive souvent que la caractérisation du résidu dans les fèces et dans l'urine facilite celle du résidu trouvé en plus faible concentration dans les tissus, mais cette opération n'est pas requise.

viii) L'étude métabolique chez les animaux d'élevage doit permettre avant tout d'identifier les composés nécessitant la mise au point de méthodes d'analyse et l'obtention de données de résidus. En outre, elle doit décrire la répartition du résidu dans les tissus, les oeufs et le lait. Elle doit aussi permettre de déterminer l'efficacité de l'extraction des différents constituants du résidu de manière à ce qu'il soit possible d'intégrer des méthodes d'extraction/solubilisation du résidu aux méthodes d'analyse.

2.4 Examen de la méthode d'essai

2.4.1 Application du pesticide radiomarqué

Le radiomarquage est le premier élément à considérer lors de la préparation d'une étude métabolique. Le marqueur doit se trouver sur la molécule à une position où il permet de retracer des produits d'hydrolyse ou des groupements qui pourraient avoir de l'importance sur le plan toxicologique. Pour l'étude, il faut utiliser la matière active de qualité technique radiomarquée. S'il existe des structures constituées de plusieurs noyaux ou de chaînes latérales importantes sur le plan toxicologique, on doit normalement procéder à des études distinctes mettant en évidence le marquage de chacun des noyaux ou de chacune des chaînes latérales. Il faut obtenir l'assurance que la position de marquage choisie ne correspond pas à un site labile. Pour cela, il faut situer le marqueur sur un cycle (de préférence) ou même employer un double marquage (dans ce cas, le marqueur est fixé à chacun des cycles d'une molécule qui en comporte deux, dans le cadre d'une même expérience, ou chaque cycle est marqué séparément dans des expériences distinctes. Le carbone 14 (^{14}C) est l'isotope dont l'emploi est recommandé lorsque c'est possible, mais l'isotope 32P du phosphore et l'isotope 35S du soufre ou d'autres éléments radioisotopiques peuvent se révéler être davantage appropriés lorsque la molécule ne contient pas d'atome de carbone, sinon sur une chaîne latérale labile. L'emploi du tritium (3H) est fortement déconseillé. Lorsqu'une chaîne latérale potentiellement labile ou que le marquage au tritium est choisi, l'étude métabolique ne sera considérée comme adéquate que si toute l'activité importante dans les tissus de la plante ou de l'animal est identifiée au pesticide et qu'elle n'est pas associée à la perte du marqueur qui se serait détaché de la structure fondamentale de la molécule constituant le pesticide. D'autres facteurs, comme une activité spécifique élevée, sont souhaitables et sont ordinairement des éléments retrouvés dans un bon protocole expérimental d'étude métabolique faisant appel à des composés radiomarqués.
La méthode d'application et la dose de pesticide radiomarqué à utiliser sont d'autres considérations initiales. Puisque l'objectif premier d'une étude métabolique est d'identifier les constituants chimiques d'un résidu, la dose doit être telle qu'elle permette

d'obtenir une radioactivité assez élevée pour la caractérisation ou l'identification du résidu. En général, il faut employer une dose équivalant à au moins une fois la dose homologuée (1X) pour les études métaboliques chez les végétaux ou pour celles chez les animaux exposés par voie dermique. Dans le cas des études chez des animaux d'élevage exposés par ingestion, la dose doit être au moins sensiblement égale à l'exposition maximale prévue par l'alimentation et ne jamais être inférieure à 10 ppm dans la ration, c.-à-.d. 10 mg par kg d'aliment. Avec certains pesticides et dans le cas de certaines utilisations, cependant, il est nécessaire d'appliquer des substances radioactives à des doses en excès. Plusieurs facteurs déterminent le choix de la dose. Dans le cas des herbicides, par exemple, le degré de phytotoxicité susceptible de stresser ou même de tuer une plante peut limiter la dose en excès à utiliser. Peu importe le pesticide étudié, la dose minimale requise pour la caractérisation/identification des résidus (jusqu'à un maximum de 10 fois la dose (10X); voir ci-après) doit être appliquée dans le cadre des études métaboliques chez les végétaux, à moins que des facteurs comme la phytotoxicité ne l'empêchent. On doit aussi penser à la sécurité des personnes lorsqu'on emploie du matériel radioactif en grande quantité. Enfin, il faut tenir compte de ce qui suit lorsqu'on choisit la matière à administrer, la méthode d'application ou une dose pour les études métaboliques chez des animaux ou chez des végétaux :

i) La plante doit être traitée avec le composé initial, de préférence sous la forme du produit formulé appliqué sur le terrain, c.-à-d. incluant tout mélange en cuve d'adjuvant préparé sur place. Lorsque le composé initial est appliqué en solution (le vecteur étant uniquement le solvant), le demandeur doit s'assurer de ne pas employer un solvant ou un additif du solvant aux propriétés photosensibilisantes, comme l'acétone ou la riboflavine.

ii) Les études métaboliques chez les animaux d'élevage doivent refléter l'administration d'un seul composé, ordinairement le composé initial. Lorsque les métabolites d'origine végétale et d'origine animale sont les mêmes, il n'est généralement pas requis de procéder à des expériences additionnelles pour déterminer le métabolisme du pesticide chez des animaux recevant des métabolites d'origine végétale. Si un métabolite d'origine végétale constitue une partie importante du résidu final total (RFT) trouvé sur des aliments pour animaux ou s'il ne constitue pas aussi un métabolite d'origine animale, il peut alors être nécessaire de procéder à des études métaboliques chez des animaux d'élevage recevant le métabolite d'origine végétale.

iii) L'activité spécifique de la substance marquée doit être suffisamment élevée pour donner un seuil acceptable de détection des résidus marqués au ^{14}C. Lorsque les résultats de la caractérisation/identification du résidu dans les cultures, le lait, les oeufs et les tissus animaux sont incomplets ou inexistants à cause d'une trop faible activité, il revient à l'Agence de déterminer si le demandeur a fourni tous les efforts voulus pour obtenir une activité spécifique maximale afin que les doses produisent

une radioactivité permettant de caractériser/identifier le résidu dans les organes comestibles des plantes ou des animaux.

iv) Lorsqu'une faible radioactivité est obtenue malgré l'application de doses en excès, il se peut que le recours à un adjuvant ou à une matière inerte courante accentue l'absorption de la matière active par la plante ou l'animal (par voie dermique).

v) Le choix de certaines cultures et de certains modes d'emploi du pesticide doit viser à obtenir la plus forte radioactivité dans les parties comestibles des plantes au moment de la récolte. Si un pesticide présente des profils d'emploi distincts (p.ex., application de présemis sur le sol et traitement foliaire), qui peuvent aboutir à deux situations métaboliques différentes, il faudra peut-être effectuer deux études métaboliques.

vi) S'il est nécessaire d'appliquer des doses en excès d'un herbicide phytotoxique pour obtenir un degré suffisant de radioactivité en vue de caractériser/identifier les résidus, et qu'à cette dose apparaissent des effets phytotoxiques chez la plante étudiée, il est préférable de recueillir des données provenant de la plante endommagée plutôt que de n'avoir aucun résultat faute d'un résidu suffisamment radioactif. Toutefois, plutôt que d'utiliser ces plantes endommagées, il est préférable d'appliquer d'autres techniques comme la culture tissulaire, le recours à des plantes coupées et l'analyse de parties de plantes immatures.

2.4.2 *Échantillonnage de parties de plantes*

Pour la caractérisation/identification des résidus, il faut obtenir des échantillons de tous les PAB conformément au tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*. Il peut arriver qu'on envisage le prélèvement d'échantillons provenant de plantes immatures ne figurant pas à ce tableau comme moyen de faciliter la caractérisation/identification des résidus lorsqu'il est prévu que la concentration de ceux-ci sera faible chez les plantes parvenues à maturité. Même s'il n'est pas requis de prélever des parties de plantes immatures ne figurant pas au tableau I, cela peut faciliter la caractérisation/identification du résidu lorsque la valeur seuil (voir ci-après) est dépassée, mais que les résidus présentent des problèmes inhabituels de caractérisation/identification attribuables à leur faible concentration ou à la nature des métabolites formés. À noter que des produits comme le fourrage de maïs constituent des parties de plantes immatures, mais qu'on les considère à titre de PAB. Ces données peuvent nous renseigner suffisamment pour nous permettre de tirer des conclusions relativement à l'identité du résidu dans des parties de la plante parvenues à maturité. Le demandeur peut aussi souhaiter employer des parties mûres, mais non comestibles des plantes cultivées (p.ex., feuillage du pommier ou du plant de pomme de terre) pour l'aider à identifier les résidus trouvés dans les PAB à maturité. Cependant, si ce genre de renseignements est appelé à être déposé à l'appui de l'étude, il est préférable de montrer que les profils chromatographiques de résidus des parties comestibles et des parties non comestibles de la plante mûre sont semblables.

2.4.3 *Étape de l'analyse*

À cette étape d'une étude métabolique chez des végétaux ou des animaux, les parties végétales/animales à analyser sont prélevées, hachées ou homogénéisées, leur radioactivité totale est mesurée et les échantillons sont soumis à une extraction par une série de solvants ou encore des systèmes de solvants (aqueux notamment) de différentes polarités et pourvus d'autres caractéristiques choisies en fonction de la nature des résidus qu'on s'attend à trouver. Les résidus initialement obtenus constituent ce qu'on appelle les résidus extractibles. La caractérisation/identification nécessaire de cette fraction est résumée à la figure 1 (il s'agit d'un diagramme des valeurs seuils décrites à l'alinéa 2.4.4) de la présente ligne directrice.

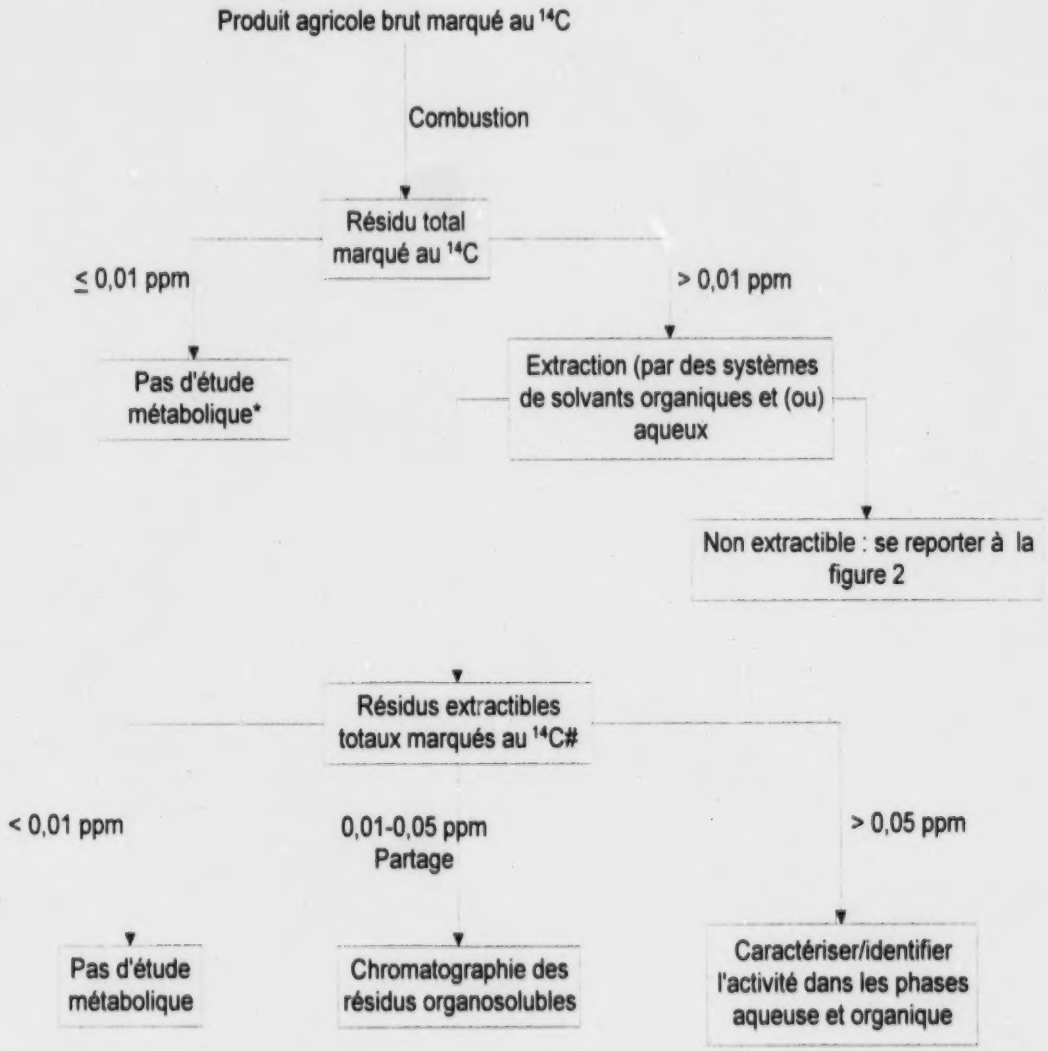
Avant de nous attarder à la figure 1, nous allons définir les termes de caractérisation et d'identification des résidus :

i) L'identification fait référence à la détermination exacte de la structure des constituants du résidu final total. Ordinairement, on procède par comparaison du profil chromatographique obtenu à ceux d'étalons et (ou) au moyen d'analyses spectroscopiques, soit la spectroscopie de masse (SM), la résonnance magnétique nucléaire (RMN), etc.).

ii) La caractérisation fait référence à la détermination de la nature générale ou des caractéristiques du résidu radioactif, à l'exclusion de l'étape de l'identification proprement dite des métabolites. Pour la caractérisation des résidus, on emploie des termes tels que organosoluble, hydrosoluble ou soluble dans l'eau, neutre, acide ou basique, polaire ou non polaire, non extractible/fixé, etc. La caractérisation peut aussi comprendre la description des groupes fonctionnels sur la molécule, à partir de la conversion à une structure commune ou à partir de réactions avec certains réactifs. Le degré de caractérisation indique à quel point on s'approche de l'étape de l'identification. Lorsque les résidus radioactifs ne sont pas identifiés, le degré de caractérisation requis pour une partie de la fraction radioactive totale dépend de plusieurs facteurs, notamment de la quantité du résidu, de la quantité du résidu final total déjà identifié, de l'importance de la culture comme aliment pour les humains ou les animaux, des préoccupations d'ordre toxicologique liées à une classe de composés, de l'importance soupçonnée du résidu évaluée à partir de la caractérisation déjà effectuée, et de la capacité des méthodes d'analyse de détecter des résidus caractérisés (c.-à-d. par conversion à une fraction commune), mais non identifiés. Cette radiovalidation de la méthode serait importante en vue du développement futur des méthodes utilisées pour vérifier le respect de la réglementation; elle le serait aussi lorsqu'une partie importante de la radioactivité est observée dans une matrice et qu'elle est répartie entre un grand nombre de fractions à une intensité inférieure à la valeur seuil, mais qu'il est possible de convertir en un ou deux composés distincts par oxydation ou par hydrolyse, par

exemple. Par conséquent, les termes de caractérisation et d'identification ont un sens bien différent et ne sont pas synonymes.

Figure 1 : Études du métabolisme - Stratégie de caractérisation/identification des résidus extractibles des végétaux et des animaux d'élevage- (* = sauf si source de préoccupation d'ordre toxicologique; # = renvoie à la figure 2).



Il faut employer au moins deux techniques d'analyse différentes pour l'identification des métabolites, sauf siune identification non ambiguë des métabolites est obtenue au moyen

d'une méthode spectroscopique comme la chromatographie gaz-liquide/spectrométrie de masse (CGL/SM), etc., ou s'il est déterminé que le métabolite a une importance toxicologique minime à cause de sa faible concentration absolue (<0,05 ppm) ou de son faible pourcentage dans le résidu final total (<10% du RFT). Dans le second cas, il sera acceptable de procéder à l'identification au moyen d'une technique comme la coélution avec des étalons. Ces valeurs seuils servent d'indication et ne peuvent être appliquées aux cas où l'on soupçonne qu'un métabolite est à la source de préoccupations particulières sur le plan toxicologique ou lorsqu'un métabolite qui représente <10% du RFT correspond à une concentration absolue élevée de résidu. En principe, l'Agence n'acceptera pas qu'une technique chromatographique utilisant la même phase stationnaire avec deux systèmes de solvants différents soit considérée comme un moyen de vérifier l'identité d'un métabolite« par deux méthodes ».

2.4.4 *Stratégie pour déterminer quand il faut procéder à l'identification des métabolites*

La figure 1 décrit la stratégie applicable aux résidus polaires et non polaires extractibles que la société Ciba-Geigy a mise au point (référence 2, alinéa 2.8 (2)), et qui était initialement employée avant tout pour les études métaboliques chez les animaux. Les valeurs seuils de radioactivité (présentées à la figure 1) indiquent quelles mesures de caractérisation/identification il faut appliquer pour chacun des PAB. Lorsque la fraction radioactive totale est ≈0,01 ppm ou moins dans des tissus végétaux ou animaux, il n'est pas nécessaire de distinguer les composés radioactifs sauf si les résidus trouvés sont à l'origine de préoccupations d'ordre toxicologique à de plus faibles concentrations. Lorsque cette activité dépasse ≈0,01 ppm, il faut procéder à une extraction avec des solvants ou des systèmes de solvants (aqueux notamment) de diverses polarités. Il faut ensuite mesurer le degré d'activité de la fraction extractible et de la fraction non extractible pour déterminer le degré de caractérisation requis. Lorsque la radioactivité de la fraction extractible correspond à ≈0,01 ppm ou moins, il n'est pas nécessaire de poursuivre l'examen. Lorsqu'elle est de l'ordre de ≈0,01 à 0,05 ppm, il y aurait lieu de déterminer la répartition entre les solvants aqueux et les solvants organiques et de faire suivre cette étape d'une analyse chrom[CLHP]) pour mesurer l'activité de la fraction soluble dans la phase organique. Le profil chromatographique de cette activité peut être comparé à celui du pesticide initial et de ses métabolites probables (caractérisation et (ou) identification). Lorsque l'activité de la fraction extractible dépasse ≈0,05 ppm, il faut tenter de caractériser/identifier complètement les deux fractions, organosoluble et hydrosoluble.

Il importe d'identifier les constituants des fractions hydrosolubles radioactives puisqu'elles peuvent contenir des composés toxiques. Mais pour ces fractions, la valeur seuil qui déterminerait quand procéder à la caractérisation/identification serait la plus élevée des deux valeurs suivantes : 0,05 ppm ou 10% du RFT. Bien entendu, les cas d'exception seraient liés à des préoccupations d'ordre toxicologique associées à des résidus susceptibles de se trouver à des concentrations inférieures à ces valeurs seuils. Il

faut confirmer l'identité des métabolites au moyen d'une seconde technique, spectroscopique de préférence, comme nous l'avons dit plus tôt.

L'expression « caractérisation/identification complète » des résidus extractibles trouvés à une concentration supérieure à 0,05 ppm ne signifie pas forcément qu'il faille identifier individuellement les constituants ayant atteint cette concentration. Il n'est ordinairement pas nécessaire d'identifier les résidus individuels à faible concentration (à la fois en termes de ppm et de % du résidu total) si les constituants principaux du résidu l'ont été. Par exemple, lorsque l'activité totale dans la partie d'une plante correspond à 3 ppm et qu'elle est expliquée à 75% par l'identification formelle de certains constituants, il est peu probable qu'on doive identifier une série de résidus individuels dont la concentration est de l'ordre de 0,05 à 0,1 ppm. Par ailleurs, l'Agence s'attendrait à ce que le demandeur fasse des efforts sérieux pour identifier les résidus trouvés aux concentrations de 0,05 à 0,1 ppm si l'activité totale n'était que de 0,3 ppm.

Les taux de radioactivité indiqués à la figure 1 s'appliquent, indépendamment de la dose employée pour les études métaboliques chez les plantes. Toutefois, cette disposition n'est pas destinée à décourager l'emploi de doses en excès lorsqu'elles sont nécessaires pour porter le taux de radioactivité à un niveau compatible avec la détermination du métabolisme du résidu chez le végétal. Si la dose employée ne suffit pas à donner un taux de radioactivité permettant de caractériser/identifier les résidus, des études additionnelles pourraient être requises, à des doses supérieures, jusqu'au point où les effets phytotoxiques deviennent inacceptables. La dose en excès maximale exigée pour une étude métabolique chez un végétal est de 10 X dans les cas où les résidus se trouvent en faible concentration dans un aliment pour animaux. Il importe de noter que, normalement, les études métaboliques chez des végétaux qui ont peu ou pas permis d'identifier les résidus ne seront pas reconnues comme preuve à l'appui de nouvelles utilisations associées à différentes formes de traitement, particulièrement les modes d'application laissant davantage de résidus. L'extraction par fluide supercritique ou l'extraction dans un four à micro-ondes sont des méthodes très efficaces et non destructives de solubilisation des résidus, et elles sont recommandées.

2.4.5 Libération de résidus non extractibles/fixés

La suite de cette analyse portera sur les résidus radioactifs non extractibles/fixés et on y expliquera par quelles étapes on doit passer pour générer assez de renseignements afin de permettre à l'Agence de tirer ses conclusions sur le résidu final préoccupant chez les végétaux et les animaux d'élevage.

Il existe trois situations où l'on constate que des résidus radioactifs sur des végétaux et des animaux d'élevage sont « non extractibles ».

i) L'incorporation dans des biomolécules (p.ex. acides aminés, sucres, etc.) qui se produit lorsque le composé d'essai est dégradé en courtes chaînes (ordinairement 1

ou 2 carbones) assimilées dans le pool du carbone et servant à la synthèse de nouveaux composés.

ii) Une réaction chimique avec certains groupements sur des biomolécules pour former des composés fixés qui peuvent être libérés par d'autres réactions chimiques (p.ex., hydrolyse enzymatique ou acide/basique).

iii) Enveloppement physique ou intégration d'un résidu radioactif à une matrice végétale/animale (comme la cellulose et la lignine dans le cas des végétaux). Pour libérer un résidu ainsi fixé, il peut être nécessaire de solubiliser le tissu, ordinairement en pratiquant une attaque avec une base; cependant, l'emploi de surfactants ou des ultrasons peut parfois permettre de libérer le résidu radioactif dans des conditions moins rigoureuses.

Dans le cas des résidus non extractibles/fixés, voici une marche à suivre qui clarifie la politique de l'Agence et fournit des détails précis relatifs à la caractérisation/identification de ces résidus.

La fraction solide végétale/animale extraite (figure 1) doit être analysée et s'il existe une radioactivité correspondant à la plus élevée des deux valeurs seuils suivantes, soit 0,05 ppm ou 10% du RFT, on doit tenter de libérer la fraction à l'origine de la radioactivité (figure 2). L'Agence insiste sur le fait que ces valeurs seuils ne seront pas nécessairement celles qu'elle appliquera si des résidus potentiels sont sources de préoccupations d'ordre toxicologique.

Les traitements peuvent être effectués sur des sous-échantillons ou l'un après l'autre. Voici des exemples des types de traitement applicables : traitement avec une base ou un acide dilué à température ambiante (à noter que ces méthodes doivent être employées initialement pour les études métaboliques et en vue du développement des méthodes), emploi de surfactants, emploi d'enzymes ou emploi d'acide 6N et (ou) de base 10N (méthode à reflux). Il faut garder en tête que les méthodes plus douces permettent une meilleure élucidation de la structure des métabolites libérés; c'est-à-dire que les méthodes à reflux libéreraient probablement les fractions sous forme de leurs produits finaux d'hydrolyse, lesquels pourraient n'avoir qu'un rapport lointain avec la forme conjuguée des produits radioactifs.

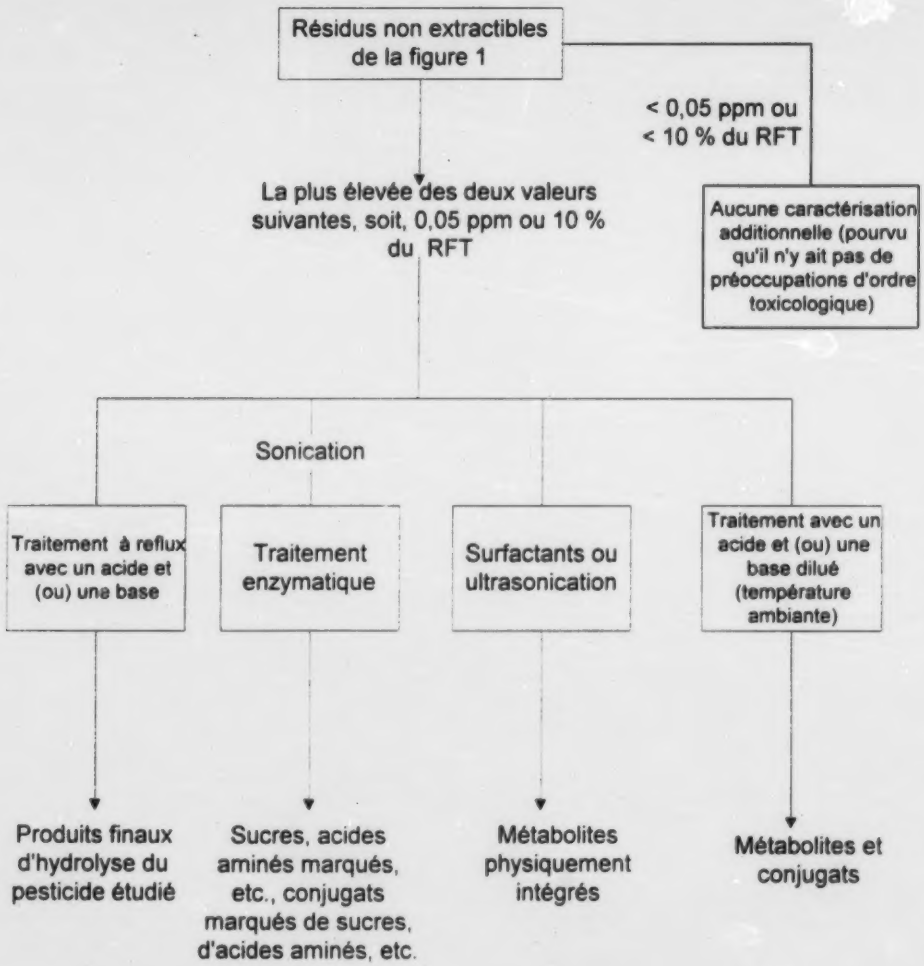
Un traitement avec un acide suivi d'un traitement avec une base, à température ambiante, produiront une hydrolyse douce des fractions conjuguées et peut-être le dégagement de biomolécules radioactives. Les surfactants peuvent libérer des résidus physiquement intégrés ou fixés aux membranes. Et puisque la rupture des membranes ou des parois cellulaires peut donner un meilleur accès des enzymes au substrat, il faut procéder à une sonification suivie d'un traitement avec une combinaison judicieusement choisies d'enzymes. Il faut confirmer chaque fois l'activité de toutes les enzymes utilisées à l'aide de témoins et de solutions étalons de substrats; ces expériences doivent être étayées. Ces

opérations pourraient libérer des résidus fixés chimiquement, y compris des biomolécules radioactives. Les dernières étapes de libération comprendraient une hydrolyse à reflux par un acide et par une base qui devrait solubiliser les tissus végétaux/animaux. La radioactivité libérée à cette occasion serait probablement associée à des acides aminés, des sucres et des composés conjugués ou physiquement intégrés pouvant ou non être apparentés aux structures physiquement intégrées/fixées originelles. Il demeure que cette étape fournit des indices à l'effet que le résidu de pesticide peut être libéré, et elle peut fournir des données sur la radioactivité incorporée et apporter quelques renseignements sur la nature des métabolites (voir l'analyse ci-dessus).

Dans tous les cas, les échantillons, les homogénats et les extraits doivent être tamponnés et conservés à basse température, exception faite des étapes d'hydrolyse, afin de diminuer leur dégradation et la formation d'artéfacts (se reporter à l'alinéa 2.4.7) qui traite de la stabilité durant l'entreposage dans le cadre d'études métaboliques.)

La figure 2 décrit graphiquement les étapes précédentes.

Figure 2 : Caractérisation/identification des résidus non extractibles/fixés



* En plus des précédentes techniques requises, il est possible d'appliquer de nouvelles techniques d'extraction à condition d'établir sur une base scientifique qu'il s'opère une solubilisation *in situ* des résidus au niveau des exocons ou des produits de conjugaison.

Retour à la figure 1 à la position #

Commentaires sur les figures 1 et 2

1. Il faut mesurer la radioactivité des résidus libérés à chacune des étapes de la figure 2; et si les valeurs seuils indiquées à la figure 1 et applicables aux résidus extractibles sont atteintes, il faut pratiquer un autre partage des fractions

radioactives en employant différents solvants et systèmes de solvants, ainsi qu'une caractérisation et (ou) une identification selon le cas. Quant à la caractérisation, il importe d'insister sur le fait que le profil chromatographique des fractions radioactives libérées (notamment celles qui sont solubles dans l'eau) doit être comparé à celui du pesticide initial et de ses métabolites probables dont la structure s'apparente étroitement à celle du composé initial. Ce travail permet de voir si la fraction radioactive libérée diffère chimiquement de la molécule initiale. Si, après un traitement, l'activité de la fraction radioactive non extraite est <0,05 ppm ou <10% du RFT, il n'est pas nécessaire de tenter de récupérer davantage la fraction radioactive restante.

2. Les valeurs seuils indiquées à la figure 1 ont pour fonction de rendre inutile la caractérisation/identification des métabolites présents en concentration très faible ou négligeable. Dans de nombreux cas, cependant, un métabolite potentiellement important peut se séparer en de multiples fractions à cause de son mode de solubilisation et (ou) parce qu'il est présent à l'état libre et sous forme conjuguée tout à la fois. Pour que les valeurs seuils s'appliquent, particulièrement lorsque le RFT est réparti en de nombreuses fractions, il faut démontrer (p. ex. par analyse par CLHP de chaque fraction) qu'aucun métabolite unique n'est distribué entre les diverses fractions en quantité telle que le total combiné (la somme) de celui-ci dépasse de manière importante la valeur seuil.

3. Dans de nombreux cas, l'identification d'acides aminés, de sucres, de composés phénoliques, de nucléotides, etc. spécifiques radiomarqués peut rendre inutile la caractérisation/identification plus poussée des résidus fixés puisque cette situation indique bien souvent que le pesticide s'est dégradé en petites chaînes carbonées qui ont intégré le pool du carbone. Toutefois, cette conclusion ne s'applique pas aux composés marqués au tritium ou aux pesticides dont le ^{14}C est placé sur un site labile de la molécule du pesticide. Elle ne s'applique pas, non plus, lorsqu'un métabolite libéré, qui constitue une partie importante du résidu final total (>10% du RFT ou >0,05 ppm), n'a pas été identifié.

4. Lorsqu'une fraction comme la lignine, la cellulose ou une protéine, est radioactive, la radioactivité n'est pas forcément incorporée à des acides aminés ou à des sucres. Il peut s'agir de macromolécules biologiques sur lesquelles des parties radiomarquées du pesticide se sont fixées par conjugaison chimique ou ont été physiquement capturées. Cette situation est très différente de celle où des macromolécules sont constituées d'éléments radiomarqués de faible masse moléculaire. Il appartient au demandeur de fournir les données appuyant scientifiquement l'une ou l'autre de ces possibilités (incorporation, conjugaison ou capture physique).

2.4.6 *Remarques additionnelles*

La démarche décrite ci-dessus constitue un aperçu sommaire du type de renseignements nécessaires pour déterminer si une étude métabolique chez des végétaux/animaux d'élevage est acceptable. Compte tenu des circonstances, différentes procédures et différentes méthodes peuvent convenir. Il faut se conformer aux notions fondamentales relatives aux valeurs seuils pour l'identification des fractions radioactives, aux méthodes requises pour leur caractérisation/identification et aux mesures à prendre pour faire en sorte qu'une partie suffisante du « résidu non extractible/fixé » soit libérée, pour que l'étude présentée soit adéquate.

Lors de l'exécution d'une étude métabolique chez des végétaux/animaux d'élevage, il faut tenir compte des remarques additionnelles suivantes :

i) Lorsque le résidu fixé est présent à partir d'une concentration égale ou supérieure à la plus grande des deux valeurs suivantes, soit 0,05 ppm ou 10% du RFT, l'Agence exigera des travaux d'identification des fractions dans la mesure du possible.

ii) Il faut documenter toutes les tentatives infructueuses pour libérer des fractions radioactives non extraites et pour caractériser/identifier le RFT, et fournir les documents à l'Agence.

iii) L'Agence n'acceptera pas que le demandeur se serve d'une dose en excès ou de l'exposition par l'alimentation chez les animaux d'élevage pour calculer les valeursseuils. Par exemple, lorsqu'une culture ou un animal reçoit une dose en excès d'une substance radiomarquée (p.ex., 5X), il est interdit de diviser les taux de radioactivité par le facteur d'excès (ici 5) pour obtenir une valeur seuil. Toutefois, lorsque l'Agence détermine quels résidus identifiés sont sources de préoccupations sur le plan réglementaire, elle tient compte de la dose en excès appliquée dans les études métaboliques appropriées.

iv) Il est avisé et il est conseillé de consulter l'Agence avant d'entreprendre une étude métabolique et pendant son déroulement.

v) Il appartient au demandeur de faire appel aux techniques les plus modernes et de fournir les références appropriées pour celles-ci. À l'étape de l'examen, il faut faire preuve de souplesse pour juger si une étude permet d'atteindre l'objectif visé qui est de déterminer la nature du résidu final réglementé. L'Agence examinera toujours au cas par cas les études métaboliques chez les végétaux et chez les animaux; il sera souvent nécessaire d'asseoir les conclusions et les recommandations formulées sur un bon jugement scientifique.

vi) L'étude métabolique doit permettre de récupérer ≥90% du résidu final marqué au ^{14}C par extraction ou par solubilisation; on utilisera de préférence les techniques

d'extraction également employées pour les analyses faites au cours des essais contrôlés de dosage des résidus sur le terrain ou la méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation si elles diffèrent. Ce critère doit être respecté pour tous les PAB.

De plus, il faut déterminer la structure de ≥90% des résidus finals solubilisés, marqués au ^{14}C. L'Agence reconnaît cependant que cela est impossible dans de nombreux cas, particulièrement lorsque la quantité de résidus finals marqués au ^{14}C est faible et (ou) lorsque le produit chimique est fortement décomposé en de nombreux métabolites trouvés en faible concentration. Dans ce dernier cas, il importe pour le demandeur de démontrer clairement la présence de nombreux constituants et de tenter de caractériser ces métabolites par conversion en une fraction commune si possible.

2.4.7 *Stabilité durant l'entreposage*

Avec ce type d'études, on détermine ordinairement si les échantillons sont demeurés intacts durant leur prélèvement, leur préparation et leur entreposage pour juger de leur stabilité à l'entreposage.

La difficulté d'enrichir des échantillons avant que la nature du résidu ne soit connue et le temps requis pour réaliser les études métaboliques sont deux raisons qui ont conduit l'Agence à adopter la position suivante : il n'est ordinairement pas nécessaire de fournir des données sur la stabilité durant l'entreposage d'échantillons qui sont analysés dans les 4 à 6 mois suivant leur prélèvement pourvu que le demandeur démontre que des mesures appropriées d'entreposage des matrices et des extraits ont été appliquées durant la partie analytique de l'étude pour tenter de limiter la dégradation des résidus. Le responsable de l'examen doit être convaincu que les conditions d'entreposage n'ont pas invalidé les résultats obtenus par le demandeur.

Lorsqu'il est impossible de compléter une étude métabolique dans les 4 à 6 mois suivant le prélèvement des échantillons, on doit prouver que la nature du résidu n'a pas changé entre le moment du prélèvement des échantillons et celui de l'analyse finale, ce qu'on peut faire en procédant à l'analyse de substrats représentatifs au commencement et à la fin de l'étude. Ces analyses doivent établir que le profil fondamental du résidu radiomarqué n'a pas changé entre les deux dates. Lorsque des changements sont observés (p.ex., disparition d'un pic (CLHP) ou d'une tache (CCM)), il se peut que le demandeur doive procéder à de nouvelles analyses ou qu'il doive reprendre l'étude métabolique, mais en réduisant le délai d'attente entre le prélèvement des échantillons et l'analyse. Les demandeurs doivent prendre connaissance de la section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage, pour plus de détails*.

2.5 Éclaircissements

i) En ce qui concerne la détermination de la radioactivité totale dans une partie d'un végétal, il est difficile d'obtenir un sous-échantillon représentatif qui donnera une

mesure exacte de la quantité totale de ^{14}C par combustion lorsque le résidu n'est pas distribué également dans les échantillons ou lorsque ceux-ci ont une forte teneur en eau. Avec ce genre d'échantillons, il serait acceptable de faire appel plutôt à une méthode combinée d'extraction-combustion afin de déterminer le résidu total. Puisque le sous-échantillon est soumis à une extraction par digestion et que le surnageant est séparé par centrifugation, il n'y a pas de perte attribuable à la préparation. La radioactivité de l'extrait liquide est déterminée par la technique de scintillation en milieu liquide (SML) et celle du résidu solide (qui sera distribuée de manière beaucoup plus uniforme que dans l'échantillon original) est déterminée par combustion et SML.

ii) Pour l'analyse chromatographique des résidus radioactifs (p.ex., CLHP, CCM), on doit choisir la polarité du système de solvants en fonction de celle des composés à analyser. C'est-à-dire qu'il faut ajuster la polarité des solvants aux composés étudiés.

iii) Quant à la question des unités à employer pour présenter les résultats de l'activité spécifique, en μCi/mg plutôt qu'en dpm/g ou en curies/mole, toutes les unités (dpm, dpm/g, etc.) permettant de convertir la radioactivité en ppm sont acceptables. Le demandeur doit présenter les résultats sur la radioactivité en % du RFT et en ppm.

iv) Il importe de fournir suffisamment de détails sur les valeurs de désintégration obtenues pour permettre à l'Agence de vérifier les résultats exprimés en ppm qui ont été obtenus sur des parties de végétaux, des tissus animaux et leurs différentes fractions chromatographiques. Peu importe l'unité employée, l'analyste doit soumettre un exemple de calcul montrant comment il a procédé pour exprimer les résultats expérimentaux en ppm.

v) Il faut fournir des photographies, des autoradiogrammes ou d'autres chromatogrammes de CCM. Lorsqu'on a eu recours à la CLHP couplée à un détecteur de la radioactivité, il faut fournir les chromatogrammes appropriés obtenus de la chromatographie en phase liquide. Peu importe la technique chromatographique utilisée, il faut aussi inclure dans le rapport des chromatogrammes montrant le comportement des étalons d'analyse.

vi) Le demandeur doit à tout le moins communiquer les résultats de la radioactivité totale des fractions en ppm (ordinairement en équivalents du pesticide initial) obtenus dans tous les tissus d'animaux d'élevage et parties de plantes cultivées susceptibles d'être consommés comme aliments pour les humains ou les animaux. Dans le cas des études mesurant la radioactivité dans tous les tissus d'animaux et de parties de végétaux, il serait utile de communiquer le pourcentage de la radioactivité totale par tissu animal ou par partie de plante, mais cela n'est pas obligatoire.

vii) La radiovalidation des méthodes d'analyse doit être présentée dans la section sur les méthodes d'analyse du rapport (voir à la Section 3, *Méthode d'analyse des résidus*) ou faire l'objet d'un rapport distinct. La lettre d'accompagnement ou le sommaire du dossier de données doit indiquer où se trouve cette partie de la demande.

viii) Il est maintenant nécessaire de faire des études métaboliques chez des animaux d'élevage dès qu'un pesticide est destiné à être employé sur une culture dont une partie peut servir à l'alimentation d'animaux d'élevage et qui figure au tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*.

ix) À noter que les valeurs seuils exprimées en ppm ne sont pas absolument nécessaires; elles constituent plutôt un barème approximatif de ce qui constituerait le degré de caractérisation/identification adéquat du résidu. Pour les études métaboliques dans lesquelles les doses ingérées étaient fortement en excès et qui ont donné une faible radioactivité dans les tissus, les exigences relatives à la caractérisation ou à l'identification doivent être moins grandes que lorsque l'exposition par l'alimentation prévue donne une radioactivité importante dans les produits animaux. Par exemple, si l'exposition par l'alimentation prévue chez les animaux d'élevage est d'environ 0,01 ppm, qu'un composé radiomarqué est administré à la concentration de 10 ppm (1000 X) et que la radioactivité totale dans les tissus, le lait ou les oeufs est <0,1 ppm, une caractérisation et (ou) une identification minimale du résidu doit suffire (à moins que les toxicologues ne se déclarent particulièrement préoccupés par le résidu trouvé à cette concentration). On observe souvent cette situation avec les herbicides appliqués tôt en saison et à petite dose.

x) Lorsque des activités≥0,1 ppm dans des produits animaux sont obtenues après ingestion du pesticide aux concentrations prévues dans les aliments pour animaux, il est généralement nécessaire d'identifier soigneusement les résidus. Cette situation est susceptible de se présenter lorsque des pesticides sont appliqués au feuillage à des doses élevées pendant toute la saison de croissance.

xi) Il n'est pas requis de procéder à des études d'alimentation classiques lorsqu'aucun résidu n'est détecté dans des produits alimentaires dans le cadre d'essais sur le terrain conformes à l'utilisation projetée du pesticide (dose maximale, délai d'attente minimal avant la récolte), à moins que l'étude métabolique n'ait indiqué des risques d'une importante bioaccumulation. Lorsque des résidus à l'état de traces sont détectés lors des essais sur le terrain, l'Agence tiendra compte de l'exposition par l'alimentation prévue et des résultats de l'étude du métabolisme du résidu radiomarqué pour déterminer s'il est nécessaire de tenir des études d'alimentation. Dans l'exemple donné à l'alinéa 2.5 ix) (exposition par l'alimentation de 0,01 ppm, dose de 1000 X donnant une radioactivité totale <0,1 ppm dans la viande, le lait ou les oeufs), une étude d'alimentation serait inutile puisque les résidus attendus dans les produits animaux par suite de l'ingestion d'une dose de 0,01 ppm seraient de

l'ordre de 0,0001 ppm (en supposant une relation linéaire entre la dose et la concentration des résidus). Dans ce cas, l'étude métabolique tient lieu d'étude d'alimentation et il serait inutile d'avoir à déterminer des tolérances pour la viande, le lait, la volaille et les oeufs.

xii) Avec les méthodes de radiomarquage, et lorsque l'extinction de la radioactivité présente un problème, la correction apportée doit être décrite de manière explicite et les méthodes d'atténuation utilisées doivent être mentionnées.

2.6 Présentation des données études chez les végétaux

2.6.1 But

Ces conseils sur la présentation des données servent à aider le demandeur d'homologation dans le processus de collecte et d'organisation des données et des renseignements, ce qui facilite également le travail d'examen de l'Agence. On incite les demandeurs à présenter des rapports complets et conformes aux directives pour que l'Agence puisse optimiser son travail. D'autres conseils sur la présentation des données sont également présentées dans différentes sections.

2.6.2 Objectif

i) Dans cette section, les demandeurs d'homologation de pesticides trouveront des conseils sur la présentation de leur rapport de façon à en optimiser l'examen par l'Agence. On y trouve un aperçu de ce que doit être le rapport ainsi qu'une description des thèmes à aborder comme l'application de substances radiomarquées, l'identification des constituants du résidu, les voies de dégradation, la validation des méthodes utilisées pour vérifier le respect de la réglementation, etc., et des indications sur la présentation des résultats.

ii) Les rapports des études métaboliques chez les végétaux doivent comprendre tous les renseignements nécessaires pour une description complète et exacte des traitements et des méthodes utilisées. Le rapport doit comprendre les éléments d'information suivants :

A) La description des techniques de radiomarquage doit comprendre la dose, la méthode et le moment de l'application du produit radioactif en fonction du développement et du cycle de croissance du produit agricole brut (PAB) traité.

B) Les techniques d'extraction, de fractionnement et de caractérisation employées pour l'identification des constituants du résidu, que ces derniers soient à l'état libre ou fixés, à chaque intervalle d'échantillonnage.

C) La définition du résidu final total, comprenant des données sur tous ses principaux constituants qui reflètent la distribution de ces constituants dans le

PAB (sans exclure les fractions obtenues par transformation), en pourcentage de la radioactivité totale récupérée et en concentration (ppm) mesurée au moment de la récolte et (ou) de l'utilisation comme aliments pour animaux.

D) Une analyse détaillée, accompagnée de préférence d'un schéma descriptif, des voies métaboliques ou de dégradation possibles observées dans le PAB.

E) Lorsque des méthodes d'analyse utilisées pour vérifier le respect de la réglementation ont été mises au point, ces méthodes doivent être validées à partir d'échantillons radiomarqués issus de l'étude métabolique chez les plantes; on doit présenter une déclaration de l'efficacité de ces méthodes comme moyen de déterminer les principaux constituants du résidu final total qui ont été identifiés, qu'ils soient à l'état libre ou fixés/conjugués, et tous les constituants du résidu préoccupant, qu'ils soient à l'état libre ou fixés/conjugués dans le PAB.

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

2.6.3 Présentation des données

Voici comment présenter les données du rapport et suivant quel ordre.

i) **Page titre/page de couverture.** La page titre et les autres éléments relatifs à la documentation (en matière de présentation des données et de procédures relatives à la non-divulgation de renseignements confidentiels) doivent précéder le corps de l'étude tel que décrit ci-après.

ii) **Table des matières.** Une liste concise précédant le corps du texte et contenant tous les éléments essentiels de l'étude, ainsi qu'une référence à la page ou au numéro du tableau où se retrouvent ces éléments.

iii) **Sommaire/introduction.** Dans l'ensemble, cette section doit présenter des renseignements historiques et le contexte de l'étude. De plus, elle doit indiquer le but de l'étude, fournir un sommaire, présenter une analyse des résultats obtenus et formuler des conclusions quant à la composition du résidu final total chez la culture traitée. Les aspects précis suivants doivent également être analysés brièvement dans cette section :

A) Un historique de l'homologation et l'utilisation recommandée du composé chimique dont il est question.

B) Le cas échéant, et (ou) lorsque les renseignements figurent dans des références ou dans des documents cités, la comparaison, en faisant ressortir les différences, entre les voies métaboliques observées dans l'étude (dans le PAB étudié) et celles observées lors d'études métaboliques antérieures chez des végétaux sur le même PAB ou sur d'autres produits, ou celles observées au cours d'études métaboliques chez des animaux portant sur le composé chimique étudié.

C) Le but de l'étude, notamment les stratégies expérimentales adoptées et la justification de leur choix.

D) Les grandes lignes de la procédure expérimentale employée, notamment une analyse, le cas échéant, des problèmes expérimentaux inhabituels qui se sont présentés, des mesures adoptées pour régler ces problèmes et qui ont conduit à modifier le protocole expérimental prévu, ainsi que des effets, s'il y en a eu, de ces modifications sur les résultats de l'étude.

E) Les profils et les voies métaboliques observés, notamment une description complète de la nature et de la quantité de tous les constituants principaux (à l'état libre ou fixés) du résidu final total, ainsi qu'une description de leur répartition dans le PAB et dans les fractions transformées du PAB. Ces renseignements pourraient être fournis sous forme narrative et être accompagnés ou non de tableaux et (ou) de figures.

F) Une conclusion portant sur la nature du résidu final dans le PAB au moment de la récolte ou de son utilisation pour alimenter des animaux d'élevage.

G) Lorsque des méthodes d'analyse utilisées pour vérifier le respect de la réglementation ont été mises au point, ces méthodes doivent être validées à partir d'échantillons radiomarqués issus de l'étude métabolique chez les plantes; on doit présenter une déclaration de l'efficacité de ces méthodes comme moyen de déterminer les principaux constituants du résidu final total qui ont été identifiés, qu'ils soient à l'état libre ou fixés, et tous les constituants du résidu préoccupant, qu'ils soient à l'état libre ou fixés/conjugués dans le PAB. La déclaration doit aussi indiquer les seuils de détection ainsi que la précision et l'exactitude des méthodes employées. Lorsque la déclaration ou les renseignements demandés paraissent ailleurs, il n'est pas nécessaire de les reprendre dans cette section, mais il faut en donner la référence.

iv) Matériel et méthodes

A) Substance d'essai. Dans cette section, il faut :

1) Identifier la matière active du pesticide d'essai, notamment les noms CAS et UICPA, le nom commun (ANSI, BSI ou ISO), la désignation donnée par l'entreprise et le numéro CAS (Chemical Abstracts Service).

2) Donner la structure chimique du composé initial et des métabolites constituant le résidu, y compris les proportions d'isomères.

3) Présenter des renseignements sur les paramètres pertinents de la formulation (p.ex., nature du solvant, vecteur, appât, adjuvant ou autre matrice utilisée dans l'application du pesticide radiomarqué).

4) Dans le cas du matériel radiomarqué utilisé pour les essais, indiquer sa pureté, son activité spécifique en curies/mole, le nombre de désintégrations par minute par gramme (dpm/g), la nature du radiomarqueur ainsi que sa source et les sites de marquage de la molécule. Il faut aussi identifier les impuretés radiomarquées, le cas échéant.

5) Fournir une justification pour le choix de radiomarqueurs autres que le ^{14}C et des sites de marquage de la molécule et, dans la mesure du possible, le fixer sur un cycle.

6) Autres renseignements. Présenter ici tout autre renseignement jugé utile d'ajouter pour fournir une description complète du composé chimique d'essai, telles que ses propriétés physico-chimiques (p.ex. solubilité, etc.).

B) Site de l'essai. Dans cette section, il faut :

1) Fournir une description détaillée de l'environnement général de l'étude (c.-à-d. parcelles d'essai extérieures, en serre ou en chambres de culture), notamment un relevé des conditions environnementales de l'étude, comme la température, les précipitations et l'ensoleillement; fournir aussi des documents décrivant les caractéristiques du sol sur le site d'essai.

2) Fournir une explication ou une justification lorsque l'environnement de l'étude métabolique, notamment les milieux d'essai, n'est pas représentatif ou qu'il diffère significativement des conditions environnementales ou des pratiques culturales normales.

C) Culture employée.Dans cette section, il faut :

1) Identifier la culture employée pour les essais, et indiquer notamment le type ou la variété ainsi que le groupe de cultures auquel elle est rattachée (Section15, *Groupes de cultures*).

2) Fournir une justification ou une déclaration expliquant le choix d'une culture différente de celle à laquelle le produit est destiné.

3) Identifier les parties spécifiques de plantes récoltées et soumises à un dosage radiologique pour la détermination du « résidu final total ».

4) Décrire le stade de développement de la culture d'essai, sa taille et son état général (immature/mature, vert/mûr, frais/séché, etc.) au moment de l'application du pesticide et à celui de la récolte.

5) Autres.Fournir tout autre renseignement jugé pertinent et approprié pour une description complète et approfondie de la culture d'essai.

D) Application du pesticide. Dans cette section, il faut :

1) Décrire de manière détaillée le type d'application du pesticide sur la culture d'essai (incorporé au sol en présemis, application de postlevée par-dessus le feuillage, application d'appât, etc.), ainsi que la formulation (le solvant, le vecteur, l'appât, l'adjuvant ou une autre matrice) employée pour l'application du pesticide radiomarqué, et décrire le mode d'application (pulvérisateur à main, application topique, injection dans le sol, etc.).

2) Indiquer la dose réelle (mg par kg ou ppm) appliquée aux plantes ou dans le sol, et exprimée enkg de matière active par hectare, dans l'étude.

3) Indiquer le nombre et le moment des applications et préciser les délais d'attente entre les applications ainsi que le délai d'attente entre le traitement et le prélèvement des échantillons.

4) Consigner les dates importantes (plantation, semis ou repiquage, d'autres étapes importantes de la croissance de la culture comme la récolte de cultures immatures en vue d'obtenir des parties spécifiques de plantes pouvant servir à l'alimentation des animaux d'élevage, les dates d'application du pesticide et la date de la récolte de la culture mûre).

5) Fournir une explication ou une justification lorsqu'il y a un écart important entre la dose ou le mode d'application du pesticide à la culture d'essai et le mode d'utilisation prescrit.

E) Récolte (prélèvement) d'échantillons

1) Indiquer le mode de récolte ou de prélèvement (à la main ou mécaniquement, sur la plante, au sol, par flottation, etc.), le type d'équipement employé, le nombre et le poids des échantillons prélevés par répétition et le nombre de répétitions par traitement, l'étiquetage et l'identification des échantillons. Il faut indiquer clairement la procédure d'échantillonnage adoptée pour l'obtention d'échantillons représentatifs.

2) Décrire en détail tout autre renseignement sur la croissance de la culture d'essai, sur l'application de formulations du pesticide et sur la récolte des échantillons. Se reporter aux conseils sur la présentation des résultats à la section 9, *Essais dans des cultures sur le terrain*, pour d'autres indications.

F) Manutention des échantillons et stabilité durant l'entreposage

1) Présenter une description détaillée des méthodes de manutention, d'entreposage jusqu'au moment de l'expédition et d'expédition, le cas échéant, des échantillons récoltés (prélevés). Se reporter aux conseils sur la présentation des résultats à la section 9, *Essais dans des cultures sur le terrain*, pour d'autres indications.

2) Présenter une description détaillée des conditions et de la durée d'entreposage des échantillons récoltés (prélevés) après leur réception au laboratoire. Se reporter aux conseils sur la présentation des résultats à la section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage*, pour d'autres indications.

G) Analyse des résidus radioactifs

1) Fournir la mesure et la répartition de la radioactivité totale récupérée.

2) Indiquer la radioactivité totale récupérée sur la plante au moment de l'échantillonnage ou de la récolte.

3) Présenter les données quantitatives sur la radioactivité dans toutes les parties des plantes prélevées, notamment des fractions qui peuvent être transformées en aliments pour les humains ou les animaux, au moment

normal de la récolte ou au stade de développement où la plante est normalement utilisée comme aliment pour animaux.

4) Fournir une description détaillée de la préparation des échantillons (dissection, broyage, lyophilisation, etc.) qui précède les analyses par combustion oxydative et par scintillation liquide.

5) Retracer quantitativement la majeure partie de la radioactivité totale récupérée au moment de l'échantillonnage ou de la récolte de la culture traitée, à partir des analyses d'échantillons regroupés.

6) Fournir une description détaillée, sous forme narrative, de figures ou de tableaux, de la répartition totale de la radioactivité dans la culture traitée (et dans ses fractions transformées) au moment de l'échantillonnage ou de la récolte.

7) Expliquer en détail les paramètres des méthodes d'analyse, et fournir notamment la description du matériel utilisé pour déterminer la radioactivité totale dans chacun des échantillons.

8) Présenter en détail les données sur le comptage radioactif de certains échantillons représentatifs, incluant la durée totale de comptage, le nombre total de désintégrations enregistré, les résultats corrigés, l'efficacité de comptage, les équivalents en ppm, la sensibilité et le seuil de détection, et fournir des calculs représentatifs.

9) Pour chacun des échantillons analysés (parties de plantes ou leurs fractions), il faut présenter les résultats de la façon suivante :

   I) Le nombre total de désintégrations (Bq/g ou MBq/g et dpm/g).

   II) Le pourcentage de la radioactivité totale récupérée de la plante traitée au moment de la récolte ou de l'échantillonnage, auquel correspond ce nombre de désintégrations.

   III) Les équivalents en ppm (exprimés en termes du composé initial) correspondant à ce nombre de désintégrations.

H) Extraction et fractionnement de la radioactivité

1) Fournir une description complète, accompagnée de préférence d'un schéma de fonctionnement ou d'un diagramme illustrant la stratégie globale d'extraction et de fractionnement (schéma) appliquée à l'analyse de chacune des matrices.

2) Décrire et justifier le choix des solvants et de la séquence d'extraction pour les solvants d'extraction employés (polaires ou non) ainsi que des méthodes d'extraction (homogénéisation, digestion, partage, soxhlet), notamment le recours à toute autre technique (réactifs décomplexants, ultrasonication, etc.).

3) Décrire aussi les conditions d'hydrolyse acide, basique ou enzymatique du résidu (du gâteau de filtration ou du marc) du tissu ou des extraits végétaux solubles dans l'eau qui ont été obtenus par extraction, en vue de la libération des résidus conjugués contenus dans les échantillons. Il faut aussi fournir des renseignements spécifiques sur la source, la pureté, la spécificité et l'activité de toutes les préparations enzymatiques utilisées pour l'hydrolyse.

4) Présenter des calculs établissant la proportion et (ou) la quantité du composé initial et (ou) de ses métabolites à l'état libre par rapport à celle des formes conjuguées, dans chacune des matrices des échantillons soumis à une extraction.

5) Présenter une estimation quantitative de la radioactivité résiduelle (« non extractible ou fixée ») qui demeure dans la matrice des échantillons après des traitements poussés d'extraction par solvants et d'hydrolyse. Il faut exprimer cette radioactivité résiduelle en pourcentage et en ppm (équivalents du produit initial) de la fraction radioactive totale récupérée. Le demandeur/titulaire d'homologation doit en outre faire état des essais d'extraction du « résidu fixé » par des méthodes inhabituelles, ou bien des extractions faisant suite à des traitements répétés avec des acides ou des bases concentrés à température élevée; il doit aussi expliquer pourquoi il a choisi ces méthodes.

6) Calculer et indiquer l'efficacité de l'extraction des substances chimiques radioactives dans tous les tissus végétaux prélevés.

7) Indiquer l'efficacité de la séparation et de la purification, sur un échantillon représentatif, pour toutes les techniques de fractionnement et d'isolement utilisées au cours de l'étude (fractionnement par solvant, électrophorèse haut voltage, échange ionique, chromatographie d'exclusion sur colonne, CLHP à gradient d'élution, radioautographie sur couche mince bidimensionnelle et à systèmes de solvants multiples).

8) Le demandeur/titulaire d'homologation doit fournir des résultats expliquant ou documentant la perte de radioactivité à chacune des étapes de la méthode de fractionnement et d'isolement, et il doit expliquer les mesures prises pour réduire ces pertes au minimum.

9) Communiquer en détail les méthodes de fractionnement appliquées à la radioactivité « non extractible ou fixée » dans les protéines, l'amidon, la lignine la cellulose, etc. des tissus végétaux.

10) Suite aux analyses chimiques des tissus végétaux soumis au fractionnement (se reporter au sous-alinéa 2.6.3)iiiG)3) pour les acides aminés, le glucose, etc.), et indiquer si des quantités importantes du résidu radioactif initial « non extractible ou fixé » ont été incorporées dans ces produits naturels.

11) Mesurer la radioactivité dans chacune des fractions des échantillons (soluble dans l'eau, organosoluble, libérée par hydrolyse, etc.), et exprimer les résultats en termes de désintégrations totales ainsi qu'en pourcentage et en ppm de la radioactivité totale (équivalents du composé initial) récupérée dans la matrice de l'échantillon original.

12) Avec les méthodes de radiomarquage, et lorsque l'extinction de la radioactivité présente un problème, la correction apportée doit être décrite de manière explicite et les méthodes d'atténuation utilisées doivent être mentionnées.

13) Décrire en détail les conditions et la durée d'entreposage des extraits jusqu'à l'étape d'identification des résidus.

I) Caractérisation/identification de la radioactivité

1) Il faut fournir une liste complète, sous forme de tableau, et une description de tous les métabolites du composé initial dont la présence est connue ou soupçonnée (composés modèles, avec indication de leur structure et de leur pureté), susceptibles de faciliter la caractérisation et (ou) l'identification de métabolites non identifiés dans les échantillons.

2) Il faut fournir des calculs et présenter des données sur les valeurs de Rf des échantillons et des substances de référence mesurées sur des autoradiogrammes de CCM, et sur les temps de rétention relatifs dans les colonnes de CG et de CLHP. Il faut faire état des écarts ou des variations imprévus entre les résultats observés et les résultats attendus, notamment les pertes de résolution entre les substances à analyser (échantillons) dans des analyses chromatographiques subséquentes. En outre, il faut expliquer les mesures correctives adoptées.

3) Le demandeur doit fournir en outre des détails complets sur toute procédure analytique de confirmation additionnelle appliquée à la caractérisation/identification de métabolites (c.-à-d. électrophorèse haut

voltage, échange ionique, chromatographie d'exclusion, préparation de dérivés, etc.) ainsi que sur les méthodes de détermination des constituants (c.-à-d. spectroscopie de masse par choc électronique et par ionisation chimique) appliquées à l'identification ultime de métabolites.

4) Il faut justifier de la façon la plus complète possible toute perte ou partie non retracée de la radioactivité dans chacun des extraits ou des fractions de plantes; il faut exprimer la quantité signalée en pourcentage ainsi qu'en ppm (en équivalents du composé initial) de la radioactivité totale récupérée d'une partie de plante ou d'une fraction particulières analysée, ainsi que de la plante totale au moment de la récolte (résidu final) ou lorsqu'elle est utilisée comme aliment pour animaux.

5) Il faut communiquer les mesures individuelles et (ou) regroupées de la radioactivité de toutes les fractions distinctes du résidu radioactif extractibles et séparables, et qui sont non caractérisées et (ou) non identifiées; il faut communiquer les résultats quantitatifs de la façon décrite au sous-alinéa 2.6.3iv)H)5).

6) Le demandeur doit faire rapport sur chacun des métabolites principaux et, dans la mesure du possible, fournir des renseignements sur la nature chimique des métabolites distincts (mineurs). Les constituants métaboliques principaux doivent être dosés et les résultats quantitatifs exprimés de la façon décrite au sous-alinéa 2.6.3)iv)G)9)III). Dans la mesure du possible, il faut tenter de mesurer les constituants métaboliques mineurs et présenter les résultats obtenus.

7) Le demandeur doit communiquer les données et les renseignements donnant un aperçu des essais de caractérisation/identification des espèces chimiques fixées, complexées ou conjuguées provenant du pesticide initial dans les parties comestibles des végétaux servant comme aliments pour les humains ou les animaux.

8) Le demandeur doit communiquer des données quantitatives sur chacun des constituants métaboliques mineurs qu'il a identifiés.

9) Lorsque des méthodes d'analyse utilisées pour vérifier le respect de la réglementation ont été mises au point, le demandeur doit communiquer les résultats de l'analyse d'échantillons radiomarqués, issus de l'étude métabolique chez des végétaux, faite à l'aide de ces méthodes. L'analyse doit spécifier quels pourcentages sont récupérés par ces méthodes, qu'il s'agisse de la radioactivité totale ou de chacun des constituants principaux marqués et identifiés du résidu final à l'état libre ou fixés (conjugués) sur les (aux) végétaux traités au moment de l'échantillonnage ou de la récolte.

10) Il faut présenter une description complète de tous les instruments, de tout le matériel et de tous les réactifs employés, ce qui comprend les conditions d'utilisation des instruments servant à la séparation, à la caractérisation et à l'identification des résidus radioactifs. Il faut aussi fournir des photographies ou des autoradiogrammes des plaques de CCM, ainsi que des échantillons ou des reproductions de chromatogrammes de CLHP/CG, notamment des spectres de masse, etc.

11) Le demandeur peut inclure tout autre renseignement qu'il juge approprié et pertinent afin de présenter une description complète et approfondie du déroulement d'une étude métabolique chez des végétaux et de la détermination du résidu final total.

12) Toute activitédoit être attribuée à l'un des types de composés ci-dessous :

a) Métabolites libres - On peut normalement les extraire avec des solvants organiques, et leur séparation ne demande pas de traitement chimique.

b) Métabolites conjugués - Substances métabolisées par une espèce vivante de façon à former des composés solubles dans l'eau. Les métabolites conjugués (ou conjugués) comportent deux parties, l'une dérivée d'un pesticide, appelée « exocon », et l'autre qui provient de la plante ou de l'animal, appelée «endocon». L'endocon est souvent un sucre, mais il peut aussi s'agir d'autres composés, p.ex. un sulfate, un acide aminé, la glutathione. Habituellement, on ne peut identifier l'exocon sans couper le lien de conjugaison. On utilise habituellement à cette fin un acide, une base ou une réaction d'hydrolyse enzymatique. Après l'hydrolyse, le pesticide ou le métabolite de pesticide, séparé de sa partie conjuguée, est habituellement soluble dans les solvants organiques.

c) Métabolites liés - Il s'agit de pesticides ou de métabolites de pesticides liés à des constituants cellulaires de façon à former des produits qu'on ne peut extraire de la matrice, même par une longue extraction avec des solvants polaires et non polaires. Si ces résidus sont éliminés chimiquement, p.ex. à l'aide d'un acide, d'une base ou par hydrolyse enzymatique, on doit alors créer une sous-catégorie de résidus liés.

d) Constituants naturels - Petits fragments provenant de la dégradation d'un pesticide qui ont été dirigés vers des cycles anaboliques et qui sont incorporés dans des constituants

cellulaires normaux. S'ils sont solubles, les constituants naturels peuvent être difficiles à distinguer des conjugués et leur classification peut être erronée.

13) Si les constituants naturels ne peuvent être extraits, on peut difficilement les distinguer des métabolites liés. Dans ce cas, ils peuvent être classés à tort parmi les résidus de pesticides liés, alors qu'il ne s'agit absolument pas de résidus de pesticides. Il peut être souhaitable de définir les résidus radioactifs comme des constituants naturels, surtout si l'on croit que ces résidus sont responsables d'une part importante de l'activité terminale.

v) Résultats et discussion

A) Stratégies d'essai. À cette étape, il faut inclure une discussion des écarts par rapport aux protocoles ou aux stratégies d'essai prévus, attribuables à des conditions ou à des difficultés inhabituelles d'ordre expérimental avec la culture, le traitement ou l'échantillonnage des végétaux, notamment des problèmes d'extraction, de fractionnement et de caractérisation des résidus; il faut aussi indiquer, le cas échéant, les stratégies spécifiques d'extraction et de caractérisation employées pour les résidus fixés ou non extractibles; il faut aussi présenter une discussion des effets ou des répercussions de ces écarts sur les résultats de l'étude.

B) Voies métaboliques. Dans la mesure du possible, il faut présenter une analyse détaillée, de préférence accompagnée d'un schéma descriptif, des voies de dégradation ou de celles du métabolisme des PAB étudiés. Les voies métaboliques observées peuvent être comparées et opposées à des voies connues et déjà décrites chez d'autres PAB ou observées lors d'études métaboliques chez des animaux portant sur le composé chimique étudié.

C) Caractérisation/identification et répartition du résidu final total

1) Sous forme de graphique ou de tableau, il faut identifier (nom, structure et quantité, en pourcentage et en ppm d'équivalents du composé initial) tous les principaux constituants du résidu final dans le PAB (à l'état libre ou fixés/conjugués) ainsi que leur répartition dans le PAB, ce qui inclut les parties de plantes et leurs fractions obtenues par transformation. Toute l'activité doit être rapportée en termes de métabolites à l'état libre, conjugués ou fixés, ou en termes de constituants naturels, conformément à la définition donnée en 2.7.3V)D)3)V).

2) Lorsqu'un PAB (y compris les parties de plantes et leurs produits de transformation) est normalement utilisé à l'état immature comme aliment pour animaux, il faut aussi identifier et quantifier tous les constituants

importants du résidu observé chez la plante à ce stade de son développement.

3) Le demandeur doit fournir des renseignements sur toute propriété et (ou) caractéristique de tout constituant important non identifiable ou non caractérisable du résidu final, ainsi que sur leur quantité et leur répartition dans le PAB.

D) Traitement statistique. Lorsque, au cours du déroulement de l'étude métabolique chez des végétaux, des tests statistiques sont appliqués aux données brutes recueillies au cours de l'échantillonnage ou de l'analyse, des exemples représentatifs de ces tests doivent être décrits.

E) Autres renseignements. Le demandeur peut inclure tout autre renseignement qu'il juge approprié et pertinent afin de présenter une description complète et approfondie du déroulement d'une étude métabolique chez des végétaux, notamment les mesures de précaution et de contrôle de qualité prises pour assurer la validité de tous les volets de l'étude.

vi) Conclusions. On doit ici examiner les conclusions auxquelles mène l'étude métabolique chez des végétaux.Voici des exemples :

A) Les chaînes de réaction ou les voies et les mécanismes mis en jeu, et l'importance ou le degré de métabolisme observé lorsque le PAB atteint la maturité ou est récolté.

B) La nature, la quantité et la répartition du résidu final total dans le PAB, produit par l'utilisation recommandée du pesticide, au moment de la récolte ou à celui où il est normalement utilisé comme aliment pour animaux.

C) À partir des résultats d'études de validation faites sur des échantillons végétaux radiomarqués, la capacité de méthodes existantes mises au point pour vérifier le respect de la réglementation d'analyser les constituants identifiés dans le résidu final, à l'état libre ou fixés/conjugués, et la capacité des mêmes méthodes ou de versions modifiées de ces méthodes, d'analyser tous les constituants du résidu toxique total, qu'ils soient à l'état libre ou fixés/conjugués dans le PAB.

vii) Tableaux/figures

A) Tableaux (exemples) :

1) Données sur les conditions environnementales et (ou) climatiques.

2) Répartition et intensité de la radioactivité dans différentes parties récoltées de plantes.

3) Nom, structure et pureté de tous les (composés modèles) métabolites utilisés au cours de l'étude.

4) Temps de rétention relatifs dans les colonnes de CG et de CLHP et valeurs de Rf du composé initial, des métabolites, des composés apparentés et des composés modèles dans différentes colonnes, avec différents solvants et dans différentes conditions d'élution.

5) Nom, structure, quantité et position dans le PAB de tous les principaux constituants identifiés du résidu final.

6) Propriétés, caractéristiques, quantité et répartition dans le PAB de tous les principaux constituants non identifiés du résidu final.

B) Figures (exemples) :

1) Discussion (ou diagramme) de l'emplacement, de la topographie et de la superficie des parcelles d'essai à l'extérieur.

2) Photographies, figures ou diagrammes des serres et (ou) des chambres de croissance utilisées pour l'étude.

3) Stratégies ou plans généraux d'extraction et de fractionnement appliqués à chacune des matrices d'échantillons analysée.

4) Répartition de la radioactivité entre différentes fractions obtenues par échange ionique (exclusion) ou fractions chromatographiques préparatives (CLHP/CG).

5) Diagrammes ou schémas des voies métaboliques.

viii) Certification. Certificat d'authenticité portant date et signé par le personnel chargé des différentes étapes de ce rapport (directeur de l'étude, superviseur sur le terrain, superviseur au laboratoire); ce certificat contient des renseignements (nom en caractères d'imprimerie, titre, affiliation, adresse, numéro de téléphone) sur ces membres du personnel.

ix) Références.

x) Annexes.

A) Chromatogrammes, spectres représentatifs, etc., le cas échéant.

B) Citer ou donner en référence des tirés à part de documents publiés ou non, de rapports d'entreprises, de lettres, de méthodes d'analyse, etc. employés par le demandeur (à moins que ces documents ne figurent ailleurs dans le dossier de données, auquel cas il suffit d'y renvoyer).

C) Autres.Tout matériel pertinent qui n'entre dans aucune des autres sections de ce rapport.

2.7 Présentation des données études chez les animaux d'élevage

2.7.1 But

Ces conseils sur la présentation des données visent à proposer une présentation-type des données recueillies dans le cadre d'une étude de la nature qualitative des résidus dans les aliments pour animaux.

2.7.2 Objectif

i) Cette section donne un aperçu des données requises pour étayer les conclusions d'une étude métabolique chez des animaux d'élevage, et de la forme que doit prendre la présentation de ces données. Ces conseils aideront le demandeur à recueillir et à organiser les données de manière à obtenir un dossier complet qui facilitera l'examen par l'Agence.

ii) Ces conseils ont pour but d'aider le demandeur à produire un rapport conforme au processus d'examen de l'Agence. L'ARLA recommande à ceux qui lui soumettent des données de lui présenter des rapports complets pour qu'elle puisse procéder à un examen efficace.

iii) Les rapports d'études métaboliques chez des animaux doivent comprendre une analyse des questions suivantes : matériel d'essai, animaux expérimentaux, doses administrées, prélèvement des échantillons, mesure de la radioactivité, extraction de la radioactivité, caractérisation et identification des fractions radioactives, conclusions et données brutes. Les données brutes sont souvent présentées plus clairement sous forme de tableaux ou de figures et elles peuvent être regroupées dans une section distincte. Dans la présente ligne directrice, on indique quelles données requises sont présentées de préférence sous forme de tableau ou de figure.

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification

en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

2.7.3 Présentation des données

Voici comment présenter les données du rapport et suivant quel ordre.

i) Page titre/page de couverture. La page titre et les autres éléments relatifs à la documentation (en matière de présentation des données et de procédures relatives à la non-divulgation de renseignements confidentiels) doivent précéder le corps de l'étude tel que décrit ci-après.

ii) Table des matières. La table des matières doit indiquer sur quelles pages se trouvent les éléments essentiels de l'étude, c.-à-d. l'introduction, le sommaire, le matériel, les méthodes, les résultats et la discussion, les conclusions, les tableaux et les figures, la certification, les références et les annexes. On trouvera ci-après les exigences pour chacune de ces sections.

iii) Introduction et sommaire. Cette section doit présenter le contexte de l'étude et indiquer l'utilisation recommandée du pesticide, le but de l'étude et un résumé des résultats. Le sommaire décrivant l'expérience doit comprendre une analyse des problèmes inhabituels qui se sont présentés et de la façon qu'ils ont été réglés, une analyse de tout écart par rapport au protocole expérimental établi et de l'effet sur les résultats, le cas échéant, ainsi qu'une brève description des résultats de l'étude (identité et quantité des métabolites importants dans chacun des principaux tissus analysés ainsi que des suggestions concernant les métabolites à réglementer). Il faut faire figurer ici une comparaison des résultats à ceux d'études métaboliques antérieures chez des animaux, le cas échéant.

iv) Matériel

A) Substance d'essai.

1) La matière active du pesticide d'essai doit être identifiée par son nom chimique (CAS ou UICPA), son nom commun (ANSI, BSI ou ISO), la désignation donnée par l'entreprise et le numéro CAS (Chemical Abstracts Service).

2) Il faut fournir une justification lorsque le marqueur est intégré à la molécule sur un site labile ou lorsqu'on emploie un atome radioactif susceptible d'être délogé par des réactions de substitution. Le demandeur doit justifier son choix.

3) Les impuretés contenues dans le matériel d'essai et leur effet possible sur l'étude doivent être mentionnés. Il faut indiquer la pureté du matériel d'essai ainsi que son activité spécifique, exprimée en curies par mole (ou en mcuries par mmole) et en désintégrations par minute par gramme (dpm/g).

4) Il faut présenter la structure chimique du composé initial et celles de ses métabolites (de préférence, sous forme d'illustration); toutes doivent être identifiées par leur nom chimique et, si possible, par la désignation ou le numéro donnés par l'entreprise.

B) Installations d'essai. Il faut décrire le logement des animaux. Avec certains pesticides produisant des métabolites volatils en grande abondance, il sera nécessaire de démontrer que la fraction volatilisée compte pour une partie importante de la radioactivité. Ensuite, il faudra décrire les mesures prises pour la détecter.

C) Animaux d'essai. Dans la description des animaux d'essai, il faut préciser l'âge, le poids, l'état de santé et la race. Tout problème de santé ou tout traitement inhabituel de ces animaux doit être signalé et il faut en analyser les effets sur les résultats de l'étude.

v) Méthodes

A) Administration de la dose

1) Dans les études métaboliques où la dose est administrée par voie orale, le demandeur doit indiquer la préparation de la dose (capsules, intégration aux aliments, bolus, etc.), la concentration, le moment et la durée de l'administration. Lorsque la dose est administrée avec les aliments, il faut indiquer la quantité totale d'aliments consommée ainsi que la teneur du pesticide dans les aliments (par détermination de la radioactivité).

2) Dans les études métaboliques où la dose est administrée par voie cutanée, il faut indiquer la dose appliquée, le nombre et le type de traitements. Il faut en outre comparer le traitement aux traitements recommandés chez les animaux, en portant une attention particulière à toute différence relativement à la formulation, à la dose administrée ou à tout autre paramètre expérimental et en donnant les explications nécessaires.

3) Le demandeur doit décrire les mesures de précaution qu'il a prises pour faire en sorte que le pesticide appliqué par voie cutanée ne soit pas ingéré par les animaux d'essai par léchage; on pense particulièrement aux ruminants.

B) Prélèvement des échantillons

1) Le demandeur doit décrire les méthodes de prélèvement du lait et des oeufs et fournir une explication si elles diffèrent de la pratique courante.

2) Il doit indiquer sous forme de tableau la quantité de lait recueilli et le nombre d'oeufs ramassés, et comparer ces données à la production normale.

3) Le délai d'attente entre la dernière dose administrée et le sacrifice doit être indiqué à une heure près. Lorsque les animaux sont sacrifiés après un délai d'attente supérieur à 24 heures, il faut en donner l'explication et examiner l'effet que cela peut avoir sur les résultats.

4) Il faut inclure, sous forme de tableau, la liste des tissus prélevés et leur poids. Lorsque des échantillons provenant de différents animaux sont regroupés, le fait doit être rapporté.

5) Des échantillons des tissus doivent être prélevés immédiatement après l'abattage, puis congeler.

C) Manutention et stabilité durant l'entreposage des échantillons. Il faut décrire l'entreposage et la manutention des échantillons, notamment les conditions qui régnaient durant tout envoi et la durée du transit. Le demandeur doit établir que la durée ou que les conditions de conservation des échantillons n'ont pas nui de façon importante aux résultats de l'étude. On trouvera d'autres détails à la section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage*.

D) Analyse de la radioactivité

1) Quantification et étude de la répartition de la radioactivité totale récupérée. Dans cette section, il faut faire figurer ce qui suit :

I) La description détaillée de la préparation de l'échantillon précédant la mesure de la radioactivité.

II) La mesure, sous forme de tableau, exprimée en désintégrations totales et en ppm d'équivalents du composé initial, de la radioactivité récupérée dans chacun des tissus échantillonnés.

III) La durée de comptage, le nombre total de désintégrations, les résultats corrigés, l'efficacité de comptage et les autres données brutes (taille des échantillons, sensibilité, seuil de détection, etc.), doivent être présentées sous forme de tableau. Des exemples de

calculs effectués sur des échantillons représentatifs doivent être présentés.

2) Extraction et fractionnement de la radioactivité

I) Il faut décrire sous forme schématique les stratégies d'extraction et de fractionnement pour chaque tissu. Indiquer aussi, sous forme de tableau, quels solvants sont utilisés et dans quel ordre, les techniques d'extraction employées (p.ex., homogénéisation, digestion, soxhlet, etc.) ou toute autre technique utilisée.

II) Il faut décrire toute tentative de libérer les résidus fixés et conjugués (par hydrolyse acide, basique ou enzymatique, par extraction poussée, etc.). En outre, il faut justifier l'application de traitements sévères (comme la chaleur combinée à un acide fort) et examiner les effets possibles de ces traitements sur les résidus de pesticides.

III) Il faut indiquer, pour chaque tissu, la quantité de la radioactivité soluble dans l'eau, organosoluble et non extractible, en pourcentage de la radioactivité totale dans le tissu examiné, et en ppm (équivalents du composé initial).

IV) Il faut décrire de manière détaillée la durée et les conditions d'entreposage des extraits jusqu'au moment de l'identification des résidus.

3) Caractérisation/identification de la radioactivité

I) Il faut fournir un tableau des composés synthétisés pour servir d'étalons à des métabolites dont la présence est connue ou soupçonnée. Lorsqu'on a employé des techniques chromatographiques comme la CCM, la CG et la CLHP, p.ex., pour identifier des métabolites, il faut indiquer les temps de rétention appropriés.

II) Il faut décrire de manière détaillée toutes les méthodes d'analyse appliquées à l'identification des métabolites.

III) Pour chaque tissu, il faut expliquer le plus complètement possible toute perte de radioactivité qui se serait produite pendant l'application des techniques de caractérisation et (ou) d'identification. Il faut rapporter cette radioactivité en ppm (équivalents du composé initial) et en pourcentage du résidu

radioactif total (il est préférable de présenter ces données sous forme de tableau).

IV) Pour chaque tissu, pour le lait ou pour les oeufs, il faut faire état de toute fraction distincte et non identifiée (c.-à-d. toute tache non identifiée sur une plaque de CCM) et exprimer sa concentration en ppm (équivalents du composé initial) et en pourcentage du résidu radioactif total. Pour chaque tissu, pour le lait ou pour les oeufs, il faut faire état de tout métabolite identifié et exprimer sa concentration en ppm (équivalents du composé initial) et en pourcentage du résidu radioactif total (il est préférable de présenter ces données sous forme de tableau). Il faut fournir toutes les données qui ont contribué à l'identification (p.ex., reproductions de chromatogrammes et de spectres). Il faut expliquer pourquoi un métabolite n'a pas été identifié et décrire les tentatives de caractérisation/identification de ce résidu. Tout renseignement relatif à la caractérisation/identification de métabolites mineurs doit être signalé.

V) Toutes les fractions radioactives doivent être rapportées sous forme de :

a) Métabolites libres - On peut normalement les extraire avec des solvants organiques, et leur séparation ne demande pas de traitement chimique.

b) Métabolites conjugués - Substances métabolisées par une espèce vivante de façon à former des composés solubles dans l'eau. Les métabolites conjugués (ou conjugués) comportent deux parties, l'une dérivée d'un pesticide, appelée « exocon », et l'autre qui provient de la plante ou de l'animal, appelée « endocon ». L'endocon est souvent un sucre, mais il peut aussi s'agir d'autres composés, p.ex. un sulfate, un acide aminé, la glutathione. Habituellement, on ne peut identifier l'exocon sans couper le lien de conjugaison. On utilise habituellement à cette fin un acide, une base ou une réaction d'hydrolyse enzymatique. Après l'hydrolyse, le pesticide ou le métabolite de pesticide, séparé de sa partie conjuguée, est habituellement soluble dans les solvants organiques.

c) Métabolites liés - Il s'agit de pesticides ou de métabolites de pesticides liés à des constituants cellulaires de façon à former des produits qu'on ne peut extraire de la matrice, même par une longue extraction avec des solvants polaires et non polaires.

Si ces résidus sont éliminés chimiquement, p.ex. à l'aide d'un acide, d'une base ou par hydrolyse enzymatique, on doit alors créer une sous-catégorie de résidus liés.

d) Constituants naturels - Petits fragments provenant de la dégradation d'un pesticide qui ont été dirigés vers des cycles anaboliques et qui sont incorporés dans des constituants cellulaires normaux. S'ils sont solubles, les constituants naturels peuvent être difficiles à distinguer des conjugués et leur classification peut être erronée.

VI) Si les constituants naturels sont non extractibles, il est difficile de les distinguer des métabolites fixés. On risque donc de les classer avec ces derniers, alors que ce ne sont pas du tout des résidus de pesticide. Il pourrait être judicieux d'établir que des résidus radioactifs sont des constituants naturels, notamment lorsqu'on soupçonne qu'ils pourraient être à l'origine d'une partie importante de la radioactivité finale.

vi) Résultats et discussion

Caractérisation des résidus : Le demandeur doit fournir un schéma décrivant les métabolites et comment ils ont été découverts dans tous les tissus préoccupants (foie, rein, muscles, tissu adipeux, lait, oeufs). Il doit aussi présenter une discussion des résultats, notamment de l'importance de la radioactivité qui n'a pas été complètement caractérisée/identifiée.

vii) Conclusions. Le demandeur doit en arriver à une conclusion préliminaire relativement aux résidus à réglementer et décrire notamment si les méthodes proposées pour vérifier le respect de la réglementation permettront d'analyser ces composés.

viii) Tableaux et figures. N'inclure dans cette section que les tableaux ou les figures n'apparaissant pas ailleurs.

A) Les données suivantes doivent être présentées sous forme de tableaux :

1) Les statistiques de base sur les animaux d'essai, ce qui comprend, le cas échéant, le poids, la production laitière, la production d'oeufs, etc.

2) Le taux de radioactivité (en ppm d'équivalents du composé initial) dans les tissus, le lait et les oeufs.

3) Le nom, la structure et la pureté des composés modèles utilisés comme étalons pour les métabolites.

4) Les temps de rétention (pour la CG et la CLHP) et les valeurs de Rf du composé initial et de ses métabolites en fonction du solvant et de la phase stationnaire utilisés.

5) Le nom, la structure et la concentration de tous les métabolites identifiés dans chacun des tissus préoccupants (foie, rein, muscles, tissu adipeux) ainsi que dans le lait et les oeufs.

B) Les données suivantes doivent être présentées sous forme de figures :

1) Les méthodes d'extraction de chaque tissu.

2) Des reproductions claires des plaques de CCM et des chromatogrammes de CG et de CLHP, des spectres de masse, des autoradiogrammes et de toute autre illustration graphique essentielle pour appuyer les conclusions avancées.

3) Les schémas décrivant les métabolites importants dans chacun des tissus préoccupants (foie, rein, muscles, tissu adipeux) et comment leur identité a été établie.

ix) Certification. Certificat d'authenticité émis par le directeur de l'étude; ce certificat contient divers renseignements (signature, nom en caractères d'imprimerie, titre, affiliations, adresse, numéro de téléphone et date).

x) Références. Indiquer de manière complète toute référence mentionnée dans le rapport.

xi) Annexes. Il faut placer ici tous les tableaux et toutes les figures ne paraissant pas ailleurs dans le rapport. On peut aussi inclure dans cette section des reproductions de rapports publiés ou d'autres documents utilisés pour étayer l'étude pourvu que, de l'avis du demandeur, ces pièces permettront à l'Agence d'optimiser son examen de l'étude.

2.8 Références

1. U. S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Guidelines* , EPA Report No.7/2-C-96-172 OPPTS 860 1300, Nature of the Residue-Plants, Livestock, 1995.

2. *Strategy for Determination of Extent of Metabolism Studies and Development of Residue Methods Based on Trigger Values*, January 27, 1988, Dr. B. Donzel, Ciba-Geigy Corp.

3. Directives d'homologation de l'ARLA, Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré.* Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués.*

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 3

MÉTHODE D'ANALYSE DES RÉSIDUS

3.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

3.2 Introduction

L'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) exige des demandeurs qu'ils mettent au point des méthodes d'analyse pour déterminer tous les constituants du résidu préoccupant, basées sur les résultats des études métaboliques chez des végétaux et chez des animaux. Il est parfois impossible de mettre au point une méthode unique pour déterminer tous ces constituants; le cas échéant, il faut en développer plusieurs. Les méthodes d'analyse (employées dans les essais sur les cultures/sur le terrain pour le dosage des résidus ou dans les études de transfert chez les animaux et les méthodes utilisées pour vérifier le respect de la réglementation) servent à la collecte de données sur les résidus appliquées aux évaluations de l'exposition par l'alimentation et à la détermination des limites maximales de résidus (LMR) ainsi qu'à la vérification de leur respect après qu'elles ont été déterminées. Les méthodes utilisées pour vérifier le respect de la réglementation doivent être validées par un laboratoire indépendant avant d'être proposées à l'Agence. Cette validation peut être assurée dans le cadre du programme des méthodes vérifiées par des pairs *(Peer-verified Methods Program)* de l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC), (référence 7).

Les méthodes d'analyse des résidus ont deux fonctions : 1) elles doivent permettre de recueillir les données de résidus nécessaires pour étayer les jugements sur l'identité et sur la concentration des résidus laissés selon le mode d'application proposé; 2) elles doivent permettre de vérifier que la LMR est respectée. Les méthodes décrites dans le document de référence d'Agriculture et d'Agroalimentaire Canada (AAC) (référence 5), le volume II du *Pesticide Analytical Manual* (PAM) de la Food and Drug Administration (FDA) et les méthodes officielles d'analyse de l'AOAC (voir les références 2 et 4) sont des exemples de méthodes d'analyse valides.

3.3 Méthode d'essai

3.3.1 Généralités

Il faut décrire les méthodes d'analyse étape par étape et de façon suffisamment détaillée pour qu'un analyste compétent puisse les appliquer même s'il n'est pas familier avec elles. Ces méthodes doivent être pratiques et rapides et, dans l'expression de la LMR, elles doivent tenir compte de tous les constituants du résidu préoccupant (RP). Selon le cas, l'Agence peut accepter l'emploi des meilleures méthodes disponibles pour déterminer le RP pourvu qu'elles fassent appel à du matériel de pointe. Cependant, toutes les méthodes de détermination des résidus doivent être fondées sur l'emploi de matériel disponible dans le commerce au Canada et aux États-Unis. On peut présenter les tirés à part des méthodes publiées. Toutefois, il importe d'expliquer jusque dans les détails les

modifications apportées à ces méthodes de base pour les adapter à d'autres cultures pour lesquelles une LMR est proposée. Cette remarque s'applique aux sous-produits, à la viande, au lait, à la volaille ou aux oeufs, le cas échéant.

Il ne doit pas se produire d'interférence attribuable au substrat ou aux réactifs. On doit incorporer des mesures appropriées de purification de manière à atténuer ou à éliminer les réponses parasites susceptibles de fausser les résultats. En chromatographie en phase liquide (CPL) et en chromatographie gaz-liquide (CGL), par exemple, la séparation devrait être assez nette pour l'obtention de pics raisonnablement distincts correspondant aux composés recherchés, et non pas un épaulement sur un pic d'interférence.

L'Agence souhaite qu'on lui présente des méthodes directes et faciles à appliquer pour la vérification du respect des LMR. Ces méthodes doivent cependant être conformes à ses critères sévères pour les méthodes de vérification (voir 3.3.5). Même si elles ne sont pas conformes en tout point aux méthodes utilisées pour la vérification du respect de la réglementation, les méthodes servant strictement à la collecte de données doivent être validées de façon similaire pour que l'Agence soit convaincue qu'elles sont adéquates pour la mesure du RP.

L'Agence prône l'emploi des méthodes d'analyse de plusieurs résidus (MAPR) de la FDA figurant dans le PAM, volume I (référence 2), comme méthodes principales utilisées pour vérifier le respect de la réglementation. Le demandeur doit présenter des données obtenues au moyen d'une MAPR sur le composé initial et sur tous les métabolites visés par la réglementation (voir la section 4, *Méthodes d'analyse de plusieurs résidus*). Lorsqu'une des MAPR se révèle être acceptable à titre de méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation, il n'est pas nécessaire de la faire valider par un laboratoire indépendant (VLI) comme stipulé en 3.3.6). Cependant, l'Agence s'attend toujours à ce que le demandeur présente une méthode d'analyse de confirmation spécifique d'une seule substance d'essai, validée par un laboratoire indépendant. Cette méthode doit être accessible à tous les laboratoires fédéraux, provinciaux ou privés et ne doit pas être protégée par la nature confidentielle de renseignements commerciaux pour les usages décrits ici.

Dans la mesure du possible, les temps de rétention de CGL/chromatographie liquide à haute performance (CLHP) et les réponses doivent être comparées à ceux d'un composé de référence stable, particulièrement lorsque le résidu est transformé en un dérivé avant la CG/CLHP. Les paramètres appliqués pour ces analyses doivent être exprimés sous une forme semblable à ce qui figure dans les directives sur le protocole de la MAPR pour la détection par CG/CPL, dans le PAM I.

3.3.2 *Validation de la méthode par le demandeur*

On doit valider les méthodes à partir de données obtenues avec des échantillons témoins et des données sur la récupération de tous les constituants du RP trouvés dans les produits analysés. Les valeurs obtenues avec les témoins doivent être raisonnablement faibles, de préférence inférieures à 20 % de la LMR proposée. Les études sur la récupération dans des échantillons enrichis doivent se faire à une concentration d'enrichissement d'un ordre de grandeur approprié à la LMR proposée (c.-à-d. limite de détermination, 0,5X, 1X, 2X LMR pour chacune des substances d'essai). La récupération doit se situer dans la fourchette de valeurs de 70 % à 120 % de la quantité connue de pesticide et de ses métabolites ajoutés dans des blancs constitués par la matrice; l'écart-type d'un échantillon à l'autre doit demeurer à l'intérieur de ± 20 %. Le titulaire d'homologation doit rapporter les résultats individuels de la récupération, des écarts-types et des intervalles de confiance obtenus pour le pesticide initial et pour chacun de ses métabolites. Lorsqu'il est impossible d'obtenir une récupération d'au moins 70 %, l'Agence pourra accepter, à sa discrétion, des méthodes donnant un taux de récupération inférieur dans le cas de matières actives qui ne sont pas à l'origine d'une toxicité aiguë ou dans le cas de métabolites mineurs. Lorsque le taux de récupération d'une méthode est inférieur à 70 %, le demandeur doit préciser à quelles étapes se produisent les pertes.

La nature des résidus mesurés est un facteur important de la détermination de ce qui constitue un degré acceptable de variabilité de la méthode. On indique, dans la référence 5 donnée à la fin de cette section, quels doivent être les coefficients de variation (c. v.) ou les écarts-types relatifs (É.-T. R.) à des concentrations données de résidus. L'Agence pourra prendre en considération des variabilités dans le taux de récupération qui se situent hors de la plage de 70 % à 120 %. Par exemple, elle peut considérer d'un oeil plus favorable une méthode offrant un pourcentage moyen de récupération de 65 % et un faible c. v. (5 % par exemple), qu'une méthode donnant un pourcentage moyen de récupération de 95 % et un c. v. supérieur à 20 %.

On doit enrichir le produit agricole brut (PAB), la fraction transformée, les tissus, le lait, les oeufs ou leur fraction digérée, plutôt que d'enrichir des extraits. On doit mélanger la fraction digérée et la laisser se stabiliser pendant 30 minutes avant de pratiquer l'extraction (ou moins si la substance d'essai est instable ou volatile). La partie de la culture à analyser est indiquée dans le volume I du PAM (référence 2), ainsi qu'au tableau I, Produits agricoles bruts et transformés et aliments des animaux d'élevage dérivés des plantes de grande culture, à la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*.

Le demandeur doit fournir les estimations des seuils pratiques de détection (SD) et des limites de détermination (LD) dans le cas de chacun des tissus, des liquides et des cultures analysés. Ces estimations doivent être fondées sur la plus faible concentration de pesticide détectable ou dosable de manière raisonnablement fiable, compte tenu de la taille des échantillons et de la variation des blancs (réponse de l'instrument en présence des matières végétales extraites et des réactifs). Le demandeur doit expliquer de quelle

manière ont été calculés le SD et la LD, il doit fournir des exemples de ses calculs et il doit indiquer toute référence utile.

La méthode d'analyse doit être validée sur toutes les cultures pour lesquelles on obtient des données de résidus et pour lesquelles une LMR est proposée. Quant aux LMR applicables à des groupes de cultures, comme les légumes-racines, les légumes-tubercules et les légumes-feuilles (sauf ceux appartenant au genre Brassica) et les céréales, il suffit de valider la méthode avec des cultures représentatives de leur groupe qui sont spécifiées à la section 15, *Groupes de cultures*, mais on doit fournir des chromatogrammes obtenus à partir d'échantillons témoins de tissus de tous les PAB. Le rapport portant sur la méthode elle-même doit présenter des données sur la récupération dans un nombre représentatif de cultures seulement. Cependant, on doit fournir, dans les rapports des essais sur le terrain, d'autres données de validation provenant de toute culture qui n'aurait pas été testée et les faire figurer dans le rapport sur la méthode d'analyse.

Quant aux produits animaux, on doit fournir des données de validation sur le lait, les oeufs et tous les tissus ayant servi à la collecte de données de résidus dans le cadre d'études d'alimentation et (ou) pour lesquels il faut établir des LMR. Ces tissus sont normalement les muscles, le tissu adipeux, le foie et le reins des bovins, ainsi que les muscles, le tissu adipeux et le foie de la volaille. Dans la plupart des cas, les données sur la récupération chez les bovins valent aussi pour les produits de la chèvre, du porc, du cheval et du mouton.

On doit aussi présenter une méthode de confirmation validée. La spectrométrie de masse est un choix préférable lorsque c'est possible. On doit fournir un spectre complet, et (ou) au moins trois ions de confirmation doivent être identifiés lorsqu'on procède par la surveillance d'un seul ion. Nota : Pour toute validation d'une méthode, il faut enrichir au moins trois échantillons par concentration, afin de procéder à une évaluation statistique du rendement de la méthode.

3.3.3 Efficacité de l'extraction

Comme nous l'avons indiqué précédemment, les expériences classiques de récupération ne reflètent pas nécessairement l'efficacité de l'extraction de résidus liés aux matières organiques dans des plantes cultivées. On doit s'assurer, d'une façon ou d'une autre, que les résidus âgés sont complètement extraits par la méthode d'analyse.

Les méthodes d'analyse doivent être radiovalidées pour qu'on puisse déterminer si le RP est extrait des tissus ou des liquides végétaux ou animaux qui contiennent des résidus liés aux matières organiques marqués au ^{14}C. La mesure de la radioactivité dans le cadre des études métaboliques chez des végétaux ou chez des animaux d'élevage est la meilleure façon d'évaluer à quel point l'extraction est complète. C'est-à-dire que l'efficacité de l'extraction doit être validée à partir d'échantillons contenant des résidus liés aux matières organiques marqués au ^{14}C. On peut utiliser d'autres techniques comme la

comparaison des résultats avec ceux de techniques d'extraction poussée. On doit soumettre les échantillons au procédé d'extraction employé dans la méthode de dosage des résidus pour les essais sur le terrain, ainsi que dans la méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation si elle diffère de celle utilisée pour les essais.

Le demandeur doit faire la preuve que la radioactivité extraite correspond à la majeure partie du RP identifié au cours de l'étude métabolique. Les méthodes d'analyse employées pour des produits végétaux et pour des produits animaux doivent être radiovalidées avec une matrice végétale, un tissu animal et avec les oeufs ou le lait. On doit utiliser les matrices pour lesquelles l'extraction sera vraisemblablement la plus difficile. Dans le cas de végétaux, il s'agirait normalement d'un échantillon sec (comme la paille ou le fourrage sec) contenant des résidus marqués au ^{14}C qui sont restés assez longtemps sur la plante.

Le demandeur doit justifier son choix des échantillons servant à la radiovalidation. Si les méthodes visant la collecte de données (dosage des résidus) et celles utilisées pour vérifier le respect de la réglementation comportent des étapes d'extraction qui diffèrent largement, il faut radiovalider chacune de ces méthodes. On peut aussi avoir recours à des analyses de plusieurs échantillons fractionnés qui contiennent des résidus liés aux matières organiques/altérés et non radiomarqués, pourvu que les résultats obtenus soient semblables avec les deux méthodes.

Les données obtenues par récupération du résidu déposé en surface ne sont pas acceptables sauf dans le cas de cultures où il est établi à partir d'autres données sur ces cultures que les RP ne se trouvent qu'en surface.

Certains constituants du RP peuvent se fixer à des constituants naturels des végétaux et ne pas être récupérés par des techniques pourtant efficaces avec les constituants libres. Cette situation devient vite apparente à l'examen des résultats des études métaboliques. Chaque fois qu'il semble se former des composés fixés susceptibles de ne pas être récupérés par le solvant d'extraction, on doit modifier la procédure de manière à les libérer et à les récupérer. Par exemple, on peut procéder à une hydrolyse initiale des plantes cultivées traitées. Il peut être possible également de récupérer ces composés au moyen de solvants polaires et de les soumettre à une hydrolyse acide, basique ou enzymatique. Ne pas confondre ces composés avec les constituants fragmentés qui peuvent être étroitement fixés ou incorporés au pool métabolique de la plante, au point de ne pas être récupérables par des moyens chimiques. Ces composés ont de l'intérêt, mais ils ne sont ordinairement pas sources de préoccupations d'ordre toxicologique. Le demandeur devrait se reporter à la partie traitant du résidu non extractible (fixé) de la section 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage*.

3.3.4 *Détermination du résidu préoccupant*

La ou les méthodes appliquées devraient permettre de mesurer le résidu final total (RFT) identifié au cours des études métaboliques dont il a été question à la section 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage*. Il arrive souvent que tous les constituants préoccupants sur le plan de la toxicité aient en commun un groupement fonctionnel; il est donc possible d'adapter la méthode à la détermination simultanée de tous ces composés. Dans certains cas, toutefois, il peut être nécessaire d'adopter des procédures distinctes d'extraction et de purification, ou même une autre méthode complète, afin de mesurer le RFT ou un important constituant de celui-ci. Parfois aussi, au moins un constituant est beaucoup plus toxique que les autres, et il faut l'analyser séparément.

Dans certains cas, l'Agence pourra accepter une méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation qui mesure seulement une partie (ordinairement le composé initial) du RFT, de manière à ne pas taxer indûment les ressources des Agences responsables de la surveillance de la législation et (ou) pour harmoniser les LMR avec des LMR en vigueur à l'étranger. On peut désigner ces composés par le terme d'« indicateurs » ou de « composés marqueurs ». Cependant, et afin de disposer d'une quantité suffisante de données pour l'évaluation du risque lié à l'alimentation, il faut normalement compter encore sur une méthode visant la collecte de données (essais sur les résidus) pour pouvoir quantifier le RP. L'Agence recommande aux demandeurs tentés d'utiliser un indicateur ou un composé marqueur avec les méthodes visant la collecte de données ou la vérification du respect de la réglementation, de s'adresser à elle pour s'assurer que cette démarche est acceptable.

L'Agence encourage le demandeur à la consulter pour la détermination du RP, avant la mise au point des méthodes d'analyse utilisées dans les essais contrôlés sur le terrain ou pour la vérification du respect de la réglementation.

3.3.5 *Exigences relatives aux méthodes utilisées pour la vérification du respect de la réglementation*

Il faut qu'au moins une des méthodes proposées dans le cadre de la demande soit acceptable aux fins de la vérification du respect de la LMR. Lorsque c'est possible, on doit envisager la possibilité d'employer la méthodologie d'AAC (référence 5) ou celle employée pour la détection de plusieurs résidus qui figure dans le volume I du PAM. En outre, la méthode de vérification du respect de la réglementation doit être la plus simple possible de manière à réduire le coût de la surveillance des résidus de pesticides.

Une méthode valide pour la collecte de données de résidus ne convient pas nécessairement à la vérification du respect de la réglementation. En général, cette dernière :

i) Ne doit pas nécessiter l'utilisation d'un échantillon du produit non traité en vue de soustraire le bruit de fond (c.-à-d. qu'il ne doit pas être nécessaire de soustraire le bruit de fond des mesures de la substance d'essai).

ii) Ne doit pas utiliser de matériel ou de réactifs inhabituels (ou encore des réactifs qui ne sont plus disponibles commercialement); ainsi, les analyses immunochimiques sont admissibles, mais on doit faire la preuve que les antisérums, les immunogènes, les anticorps monoclonaux (le cas échéant), et les trousses d'essai sont disponibles et que tous les lots d'antisérums peuvent être validés.

L'Agence encourage le demandeur à la consulter pour déterminer si une technologie d'analyse nouvelle ou inhabituelle convient avant d'y investir ses énergies.

iii) Doit être suffisamment rapide. En général, les méthodes d'analyse des résidus pour la vérification du respect de la réglementation doivent être complétées en une journée de travail. L'acceptabilité des méthodes qui demandent plus de temps est étudiée au cas par cas. Il faut des méthodes prenant moins de 24 heures pour le dosage des résidus à l'origine d'une toxicité aiguë, de manière à ce qu'il soit possible d'intervenir rapidement en cas d'accident ou de mauvais usage.

iv) Doit être assez spécifique pour permettre de doser et d'identifier le résidu en présence de ceux d'autres pesticides dont on peut raisonnablement penser qu'ils peuvent se trouver sur le même produit.

v) Doit être assez sensible (pente de la courbe d'étalonnage) en rapport avec la LMR proposée.

vi) Doit être utilisable sans avoir recours à des réactifs toxiques ou très dangereux.

Les méthodes fondées sur l'inhibition de la cholinestérase ne sont pas considérées comme étant acceptables à des fins de vérification du respect de la réglementation. Celles qui sont fondées sur la chromatographie sur papier ou sur la chromatographie sur couche mince et qui donnent une mesure visuelle du résidu n'ont pas un caractère quantitatif assez poussé pour servir à ces fins. Toutefois, elles peuvent se révéler utiles comme méthodes de confirmation de l'identité du résidu.

Par définition, certains détecteurs en chromatographie liquide et gazeuse sont spécifiques, mais les méthodes basées sur ces systèmes doivent néanmoins être accompagnées d'une méthode de confirmation. En général, la confirmation par spectrométrie de masse est appropriée. En outre, il est possible d'accroître la spécificité au moyen de procédures spéciales d'extraction, de purification, de préparation de dérivés ou d'utilisation de colonnes en parallèle ou en série. Pourvu qu'une méthode de confirmation spécifique existe, l'Agence ne demande pas la tenue d'une étude pour déterminer si d'autres

pesticides dont l'utilisation sur les mêmes produits est homologuée, nuisent ou non à l'analyse du RP.

L'Agence accepte au cas par cas les méthodes fondées sur la détermination d'un groupement fonctionnel commun. Au moment d'évaluer leur acceptabilité, elle tient compte des différences de toxicité entre tous les métabolites préoccupants qui peuvent être analysés par ces méthodes. Lorsqu'une telle méthode est proposée à titre de méthode principale utilisée pour vérifier le respect de la réglementation, et que d'autres pesticides réglementés produisent le même groupement fonctionnel, les laboratoires responsables de la surveillance de la réglementation doivent pouvoir disposer d'une méthode de confirmation pour identifier spécifiquement le RP. Cette mesure prend toute son importance lorsque deux pesticides produisant un même groupement fonctionnel sont homologués pour une même culture, mais que les LMR sont différentes.

Les méthodes proposées pour vérifier le respect de la réglementation peuvent être mises à l'essai dans les laboratoires de l'ARLA s'il s'agit d'un nouveau pesticide, si les méthodes d'analyse sont nouvelles ou peu connues, ou si le produit est réputé pour la difficulté de son analyse. Le fardeau de la preuve repose sur les épaules du demandeur, et si la méthode ne se révèle pas être à la hauteur au cours de ces essais, il appartient au demandeur de régler les problèmes. En outre, il incombe à ce dernier d'améliorer la méthode et de présenter de nouvelles données de résidus obtenues grâce à elle. Si elle est efficace et qu'elle est acceptable pour la vérification du respect de la réglementation, elle est mise à la disposition des parties intéressées. Bref, on doit trouver dans toute demande une copie de la méthode d'analyse ne constituant pas des renseignements commerciaux confidentiels ou identifiés comme tels.

3.3.6 Validations par des laboratoires indépendants (VLI)

Le demandeur doit présenter des méthodes adéquates d'analyse des résidus pour permettre de déterminer le résidu toxique total laissé par un pesticide sur ou dans des produits agricoles et sur ou dans des aliments transformés, selon le cas. Ce résidu est composé du pesticide initial et de ses produits de dégradation, de ses métabolites (fixés ou à l'état libre) et des impuretés préoccupantes sur le plan toxicologique. Ces méthodes permettent à l'Agence de fixer des LMR après avoir déterminé la quantité maximale de résidus du pesticide que les humains peuvent ingérer. Elles sont utilisées par la suite dans les laboratoires responsables de la surveillance du respect de la réglementation de Santé Canada et d'Agriculture et Agroalimentaire Canada, ainsi que dans des laboratoires provinciaux pour s'assurer du respect de la LMR et (ou) pour la surveillance des pesticides. On peut avoir recours au programme des méthodes vérifiées par des pairs (*Peer-verified Methods Program*) de l'AOAC, pour rédiger un rapport de VLI que l'ARLA jugera acceptable (référence 7). Les méthodes utilisées pour vérifier le respect de la réglementation doivent être reproductibles et être applicables dans les laboratoires fédéraux et provinciaux partout au Canada. De plus, il faut soumettre assez de renseignements pour permettre à un analyste compétent d'appliquer efficacement la

méthode d'analyse. Cette section décrit ce qui constitue un rendement acceptable pour des essais de validation par un laboratoire indépendant (VLI) en vue d'une demande d'homologation d'un pesticide.

L'Agence encourage le demandeur à la consulter pour prendre connaissance des exigences en matière de méthodes d'analyse utilisées pour doser les métabolites de pesticides.

Validation des méthodes par un laboratoire indépendant

i) Le demandeur doit faire accompagner sa proposition de LMR des résultats d'essais de validation effectués par un laboratoire indépendant (VLI). Il doit aussi soumettre les résultats de VLI de nouvelles méthodes d'analyse du pesticide initial et de ses métabolites préoccupants sur le plan toxicologique. Ces résultats doivent accompagner les demandes suivantes :

   A) La première proposition de LMR pour les résidus d'un pesticide dans un produit agricole brut (PAB) ou encore dans des aliments transformés pour humains ou animaux.

   B) Toute nouvelle proposition de LMR pour les résidus d'un pesticide qui faisaient déjà l'objet de LMR lorsqu'une nouvelle méthode est utilisée pour vérifier le respect de la réglementation est proposée.

   C) Toute nouvelle proposition de LMR pour les résidus d'un pesticide qui faisaient déjà l'objet de LMR lorsque la méthode approuvée de vérification du respect de la réglementation a été modifiée de manière importante pour être applicable au nouveau produit. Le demandeur devrait s'adresser à l'Agence lorsqu'il n'est pas certain que les modifications constituent des « changements importants ».

   D) Toute nouvelle proposition de LMR lorsque la méthode proposée, ou son équivalent, n'a pas été soumise au processus de VLI. Une preuve d'équivalence doit être fournie.

ii) Ordinairement, il n'est pas nécessaire de présenter les résultats d'un essai de VLI effectué sur une méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation que l'Agence juge supérieure à la méthode en vigueur. Normalement, cela n'est pas non plus nécessaire pour les méthodes de confirmation. Mais l'Agence peut, à sa discrétion, demander la tenue d'un essai de VLI pour ce type de méthodes. Voici un exemple d'un cas ou un essai de VLI serait probablement nécessaire : une méthode de confirmation utilisée avec un composé pour lequel la méthode principale utilisée pour vérifier le respect de la réglementation détecte un groupement fonctionnel commun qui se retrouve aussi sur d'autres pesticides homologués.

Il faut que le personnel du laboratoire, notamment le directeur du projet, choisi pour la réalisation des essais de VLI, ne soit pas familier avec la méthode, autant en ce qui concerne sa mise au point que son utilisation ultérieure pour l'analyse d'échantillons prélevés sur le terrain. Pourvu que ce critère soit respecté et qu'il n'utilise pas le même matériel, les mêmes instruments et les mêmes fournitures, le laboratoire de validation choisi peut faire partie de l'organisation du demandeur. Ce dernier peut s'adresser aussi aux laboratoires d'organismes des provinces ou des États responsables de la vérification du respect de la réglementation, à des laboratoires d'universités ou à des laboratoires privés. Le demandeur doit appliquer les mêmes critères de qualité pour le choix d'un laboratoire de VLI que ceux appliqués à tout autre travail d'analyse.

iii) Conditions pour la tenue d'essais de VLI. Pour que ces essais soient réussis, il faut produire des résultats adéquats sur au moins un ensemble d'échantillons et il faut que le laboratoire choisi pour ces essais puisse procéder à l'examen d'au maximum trois ensembles d'échantillons du produit désigné au moyen de la méthode à valider. Un ensemble est constitué de deux échantillons témoins, de deux échantillons témoins enrichis à la LMR proposée et de deux échantillons témoins enrichis à la limite de détermination (LD). La méthode doit être appliquée conformément au protocole écrit, c.-à-d. qu'elle ne doit pas comporter de modifications importantes. Lorsque la LMR correspond à la LD, la deuxième concentration d'enrichissement doit alors être le double de la LD.

Avant le traitement du premier ensemble d'échantillons, le laboratoire qui procède à des essais de VLI peut s'adresser aux responsables de la mise au point de la méthode ou à des utilisateurs, cependant toutes les communications doivent être consignées et l'ARLA doit en être informée. En aucun cas une personne au service du demandeur, du responsable de la mise au point de la méthode ou de tout autre utilisateur, peut se rendre au laboratoire pendant la tenue des essais de VLI pour observer, offrir d'aider ou aider les analystes. Si le premier ensemble d'échantillons (ou le deuxième) n'a pas donné les résultats escomptés et que le laboratoire doit s'adresser de nouveau aux responsables de la mise au point de la méthode ou à des utilisateurs, toutes les communications doivent être enregistrées. Toute addition ou modification subséquente apportée à la méthode originale qui se traduit par une amélioration de la performance doit être intégrée à la version écrite de la méthode remise à l'ARLA.

Lorsqu'une méthode doit être employée avec plusieurs produits, les essais de VLI doivent être effectués sur le produit que le demandeur a eu le plus de difficulté à analyser. Lorsqu'une même méthode est employée pour des produits végétaux et pour des produits animaux, il faut alors effectuer des essais distincts de VLI sur la matrice animale et sur la matrice végétale qui ont causé le plus de difficultés. On doit justifier le choix du produit. Lorsque des essais de VLI ne donnent pas de résultats adéquats après trois ensembles d'échantillons (voir ci-après), le demandeur

doit revoir sa méthode et faire procéder à des essais de confirmation par un autre laboratoire.

Pour que des essais de VLI soient réussis, il faut que les résultats obtenus sur un ensemble d'échantillons (on peut tester trois ensembles d'échantillons seulement) soient semblables à ceux obtenus par le demandeur. Le taux de récupération doit être compris entre 70 % et 120 %, et les interférences doivent être négligeables par rapport à la concentration choisie comme LMR.

iv) Renseignements à communiquer à l'Agence. Lorsque les essais de VLI sont réussis, les renseignements suivants doivent être présentés par le demandeur :

A) Nom, adresse et numéro de téléphone du directeur de projet et d'une autre personne-ressource du laboratoire de VLI.

B) Description de la méthode d'analyse.

C) Résultats de la récupération et valeurs de référence.

D) Chromatogrammes/spectres représentatifs de l'échantillon non traité, de l'échantillon traité et de l'échantillon non traité et enrichi aux concentrations correspondant à la LMR et à la LD de chacune des substances à analyser dans chaque matrice.

E) Description des instruments utilisés.

F) Description de tout problème observé et description écrite de toute modification ou de tout changement apporté pendant la VLI.

G) Toutes les étapes critiques, c.-à-d. les étapes où une faible marge de variation est permise ou encore des directives à respecter scrupuleusement.

H) Le nombre d'heures-personnes requises pour compléter le traitement d'un ensemble d'échantillons.

I) Tout contact entre le laboratoire de validation et les responsables de la mise au point de la méthode ou d'autres personnes familières avec la méthode, les raisons de ces contacts, tout changement dans la méthode qui en résulterait, et le moment où sont survenus ces échanges par rapport à l'état d'avancement de l'essai de validation (après le traitement du premier ensemble, pendant celui du deuxième, etc.).

J) Une déclaration de conformité aux normes relatives aux bonnes pratiques de laboratoire jugées acceptables par l'ARLA. Se reporter à la directive

d'homologation Dir98-01 de l'ARLA, *Bonnes pratiques de laboratoire*, (voir la référence 6).

v) Une demande non accompagnée des résultats d'un essai réussi de VLI sera retournée au demandeur.

L'Agence pourra effectuer des validations de la méthode. Si elle juge que le demandeur a fourni des résultats probants d'essais de VLI, l'Agence pourra la valider.

3.3.7 Considérations diverses

L'Agence accepte l'addition à l'extrait final d'un étalon interne, juste avant l'injection, pour l'étalonnage des temps de rétention et (ou) de la hauteur des pics ou de leur surface, afin d'améliorer la précision du dosage. Cependant, elle n'accepte pas qu'on utilise un étalon interne pendant toute la durée de la procédure en vue d'apporter des corrections en fonction du taux de récupération, à moins qu'il soit établi par des données provenant de nombreux échantillons de chaque matrice que la substance d'essai et l'étalon interne se comportent de manière identique à toutes les étapes.

La méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation doit être validée dans le cas de chaque culture pour laquelle des données de résidus sont produites et qu'une LMR est proposée. Lorsqu'il est question de LMR applicables à des groupes de cultures, p. ex., légumes-racines et légumes-tubercules (sauf ceux appartenant au genre *Brassica*) et les céréales, la méthode doit être validée seulement sur des cultures représentatives de leur groupe, mais on doit fournir des chromatogrammes obtenus à partir d'échantillons témoins de tissus de tous les PAB. Le rapport déposé avec la méthode doit présenter des données sur la récupération provenant de toutes les cultures représentatives pour lesquelles la méthode a été validée. Cependant, dans les rapports des essais contrôlés sur le terrain, il faut produire des données additionnelles sur toute culture non testée et les faire figurer dans le rapport sur la méthode utilisée pour vérifier le respect de la réglementation.

Lorsque des méthodes chromatographiques sont employées, les substances d'essai et l'étalon interne doivent être élués à côté l'un de l'autre, mais leurs pics doivent être distincts. Les laboratoires responsables de vérifier le respect de la réglementation doivent avoir accès à l'étalon interne, comme ils doivent avoir accès à tout autre réactif ou étalon de référence employés avec une méthode de ce genre. Le demandeur doit fournir à l'Agence une quantité suffisante de l'étalon interne lorsqu'il n'est pas disponible sur le marché.

On considère que les étalons traités sont des étalons de référence soumis à une partie ou à l'ensemble des techniques de préparation des échantillons décrites dans la méthode. Dans certains cas, l'Agence accepte les méthodes qui utilisent des étalons traités produits par la préparation d'un dérivé. Lorsqu'un étalon traité est employé, le demandeur doit fournir à

l'Agence non seulement l'étalon analytique du pesticide, mais aussi l'étalon dérivé. Le fait de disposer de ce dernier permet au laboratoire responsable de la vérification du respect de la réglementation, de déterminer l'efficacité de la préparation de l'étalon. S'il est instable ou si le demandeur ne peut en fournir, celui-ci doit présenter les données établissant l'efficacité et la reproductibilité de la méthode.

3.4 Présentation des données

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

La présentation suivante est suggérée pour le rapport :

3.4.1 Page titre/page de couverture.

La page titre et les autres éléments relatifs à la documentation (en matière de présentation des données et de procédures relatives à la non-divulgation de renseignements confidentiels) doivent précéder le corps de l'étude tel que décrit ci-après.

3.4.2 Table des matières.

La table des matières doit indiquer sur quelles pages se trouvent les éléments essentiels de l'étude, c.-à-d. l'introduction, le sommaire, le matériel, les méthodes, les résultats et la discussion, les conclusions, la certification, les références et les annexes. On trouvera ci-après les exigences pour chacune de ces sections.

3.4.3 Introduction et sommaire

i) Portée (matrices acceptables) et source de la méthode (p. ex., PAM, rapports d'entreprises, numéros des rapports).

ii) Description des principes qui sous-tendent la méthode d'analyse, notamment l'identification des espèces chimiques analysées ainsi que le seuil de détection et la limite de détermination.

3.4.4 Matériel et méthodes

i) Équipement (liste et description).

ii) Réactifs et étalons (liste et description des sources et de leur préparation).

iii) Méthode d'analyse (expliquer en détail étape par étape; insister sur les réactifs ou les étapes de traitement qui demandent une attention particulière pour des raisons de santé ou de sécurité).

A) Préparation de l'échantillon.

B) Extraction (démontrer l'efficacité de la méthode, le cas échéant [p. ex., substrats associés à des cultures sèches, résidus fixés, etc.]).

C) Enrichissement, le cas échéant (pour la VLI).

D) Purification.

E) Préparation de dérivés (le cas échéant).

iv) Instruments (fournir des renseignements) :

A) Description (p. ex., marque/modèle, type/spécificité des détecteurs, colonnes (remplissage, dimensions), gaz vecteurs, etc.)

B) Conditions de fonctionnement (p. ex., débit, température, voltage, etc.)

C) Procédures d'étalonnage.

v) Interférences (décrire les essais)

A) Matrices des échantillons.

B) Autres pesticides.

C) Solvants.

D) Matériel de laboratoire.

vi) Techniques de confirmation (description).

vii) Durée requise pour l'analyse (pour qu'un échantillon/ensemble soit entièrement traité, ce qui comprend l'étape de la détermination).

viii) Modification de la (des) méthode(s) d'analyse, ou problèmes éventuels, (expliquer en détail les circonstances et les mesures à appliquer).

ix) Méthodes de calcul (description étape par étape).

A) Facteurs d'étalonnage.

B) Substance d'essai dans l'échantillon.

x) Autres renseignements. Le demandeur peut inclure tout autre renseignement qu'il juge approprié et pertinent afin de présenter une description complète et approfondie de la méthode d'analyse des résidus ainsi que de la façon de calculer la concentration des résidus.

3.4.5 Résultats et discussion (description du rendement prévu de la méthode)

i) Exactitude (moyenne prévue et plage des taux de récupération); indiquer, de préférence sous forme de tableau, les taux individuels de récupération, les moyennes de récupération et leurs écarts-types relatifs, pour chacun des constituants du RP trouvé dans chacun des produits testés pendant les travaux de validation de la méthode présentée par le demandeur.

ii) Précision (répétabilité et reproductibilité).

iii) Seuil de détection et limite de détermination (fournir une définition).

iv) Mesure de la robustesse, le cas échéant.

v) Limites (détails méthodologiques critiques qui influencent l'exactitude et la précision).

vi) Courbe d'étalonnage (plage linéaire et sensibilité notamment).

vii) Spécificité.

3.4.6 Conclusions

Discuter de l'applicabilité de la méthode d'analyse à la mesure de composés d'essai spécifiques dans différents substrats, de la disponibilité du matériel, des interférences, etc.)

3.4.7 Certification

Certificat d'authenticité émis par le directeur de l'étude; ce certificat contient divers renseignements (signature, nom en caractères d'imprimerie, titre, affiliation, adresse, numéro de téléphone et date).

3.4.8 Tableaux et figures.

3.4.9 Références.

3.4.10 Annexes.

i) *Chromatogrammes représentatifs*, spectres etc. (le cas échéant).

ii) Autres renseignements (tout autre renseignement pertinent ne paraissant pas ailleurs dans le rapport).

* On doit fournir les chromatogrammes des étalons et des échantillons obtenus à chaque jour d'analyse, le cas échéant.

3.5 Références.

1. Horowitz, W. et al, *Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents*, JAOAC, Vol. 63, No. 6, pp. 1344-1354 (1980).

2. *U.S. Food and Drug Administration, Pesticide Analytical Manual*, Vols. I and II, 1994.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

3. U.S. Environmental Protection Agency, PR Notice 96-1, *Tolerance Enforcement Methods - Independent Laboratory Confirmation* by Petitioner, February 7, 1996.

4. *Association of Official Analytical Chemists (AOAC), Official Methods*, édition récente.

   Disponible auprès de l'AOAC, 481 North Frederick Ave., Suite 500, Gaithersburg, MD, 20877-2417, É.-U. (301-924-7077).

5. AAFC (Agriculture AgriFood-Canada): Fillion J. et al, *Multiresidue Determination of Pesticides in Fruit and Vegetables,* by GC-MSD and LC-FD, JAOAC, 78(5), 1252-1266 (1995).

6. ARLA, directive d'homologation Dir98-01, *Bonnes pratiques de laboratoire*, 11 octobre 1996.

7. AOAC International, November 16, 1993, *AOAC Peer-Verified Methods Policies and Procedures*, AOAC International, 481 North Frederick Ave., Suite 500, Gaithersburg, MD, 20877-2417, É-U., (301-924-7077).

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 4

MÉTHODE D'ANALYSE DE PLUSIEURS RÉSIDUS

4.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

4.2 Introduction

Des méthodes analytiques permettant le dosage de plusieurs résidus de pesticides en une seule analyse ont été développées par l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) de Santé Canada, la Food and Drug Administration (FDA) des É.-U. et beaucoup d'autres organismes. Avec ces méthodes, les analystes peuvent utiliser les données obtenues pour confirmer la présence ou l'absence d'un grand nombre de pesticides et de leurs métabolites dans divers produits. Afin d'évaluer l'incidence de ces résidus dans les aliments des humains et des animaux, l'ARLA utilise les données compilées par Santé Canada et par Agriculture et Agroalimentaire Canada, obtenues à l'aide de la méthode d'analyse de plusieurs résidus (MAPR) dans le cadre de leurs programmes d'application de la réglementation.

4.3 Méthode

On trouvera des directives spécifiques pour chaque MAPR utilisée par la FDA dans le *Agency's Pesticide Analytical Manual*, Vol. I (PAM I) (voir le paragraphe 4.4) de cet organisme, ainsi qu'une compilation des données sur le comportement analytique des pesticides et des produits chimiques apparentés. Ces données sont notamment les temps de rétention relatifs des composés sur diverses colonnes de chromatographie gaz-liquide (CGL); la réponse de divers détecteurs de CGL aux composés; le taux de récupération des composés par l'application intégrale de méthodes ou parfois, d'étapes importantes de ces méthodes. L'effort considérable requis pour la vérification des méthodes à plusieurs résidus et pour la compilation des résultats se justifie par les avantages de ces compilations pour les analystes. S'il connaît le comportement analytique de nombreux composés pendant l'application de la méthode, l'analyste pourra reconnaître plus facilement les résidus présents dans des échantillons dont les antécédents de traitement sont inconnus. Dans les cas où l'on sait que la présence de certains résidus est vraisemblable, on peut consulter les listes de données de plusieurs méthodes pour faciliter le choix de la méthode à utiliser.

On trouvera à l'annexe I du PAM I une compilation à jour des MAPR. Tous les demandeurs doivent présenter des données de récupération pour les méthodes utilisées; on s'attend à ce qu'ils se conforment aux directives concernant les protocoles présentées dans l'annexe II du PAM I, à partir de « Decision Tree for Multiresidue Methods Testing », et aux recommandations connexes de « Suggestions for Producing Quality Data », c.-à-d. « Decisions on What Protocols to Follow » et « Proper Application of Methods ». Lorsque l'arbre de décision indique que la récupération est probable, le demandeur d'homologation devrait alors consulter la section « *Data Development* » des

protocoles appropriés et se conformer strictement aux recommandations présentées pour la production de données de qualité. Le demandeur peut également faire la vérification de sa méthode à l'aide de la MAPR appropriée, proposée par l'ARLA (voir la référence 3).

Il est essentiel que tous les laboratoires produisant des données de récupération liées à des MAPR se conforment aux directives écrites afin que l'ARLA soit en mesure de déterminer le comportement d'un produit chimique lors d'une analyse conforme à une méthode définie avec précision. Une fois que les données ont été obtenues, les titulaires d'homologation doivent utiliser les formulaires de rapport de l'annexe II du PAM I pour la présentation de ces données à l'Agence. À partir des formulaires remplis, on extraira les données de récupération pertinentes et celles-ci seront incorporées dans une mise à jour ultérieure de l'annexe I.

Lorsque la récupération est jugée complète selon l'un ou l'autre des protocoles, le demandeur est encouragé à utiliser ce protocole comme méthode principale d'application. Toutefois, le demandeur doit développer une méthode de confirmation distincte pour chaque substance d'essai.

4.4 Rapport d'études

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

4.5 Références

1. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No. 7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du Technical Information Service, Springfield, VA. É-U.

2. *Pesticide Analytical Manual* (PAM), Vols I and II, 1994, Food and Drug Administration, Washington, D.C.

   Disponible auprès de la Field Operations Division (7506C), Office of Pesticide Programs, Environmental Protection Agency, 401 M St., S.W., Washington, DC, 20460, É.-U., ou par courrier électronique à l'adresse : "Guidelines @ epamail.epa.gov"; ou par Internet à l'adresse : www.epa.gov.

3. *PMRA Multiresidue Methods*, Division de la conformité, des services de laboratoire et des opérations régionales, Édifice 22, Ferme expérimentale centrale, Ottawa (Ontario) K1A 0C6

3.1 Method Number P-RE-023-96 (7.1)-FV *Multiresidue Method for the Determination of Pesticides in Fruits and Vegetables* by GC/MSD and HPLC Fluorescence Detection

3.2 Method Number P-RE-025-93(3) - Dairy/Meat *The Determination of Organochlorines in Dairy Products (Butter and Cheese) and Meat* by GC/ECD

3.3 Method Number P-RE-039-97(3) - Feed, *Multiresidue Method for the Determination of Pesticides in Animal Feeds* by GC-MSD and HPLC Fluorescence Detection.

3.4 Method Number to be determined *Multiresidue Method for the Determination for Organochlorines in Eggs by GC-ECD.*

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 5

DONNÉES DE STABILITÉ DURANT L'ENTREPOSAGE

5.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues,* de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

5.2 Introduction

Les données de stabilité durant l'entreposage sont requises pour valider les valeurs de stabilité ou de vitesse de décomposition des résidus préoccupants (RP) dans ou sur les produits agricoles bruts (PAB) (ou les produits transformés), entre le moment de la récolte ou du prélèvement des échantillons jusqu'à l'analyse finale du résidu.

5.3 Généralités

Dans la plupart des cas, les échantillons recueillis pour des études quantitatives des résidus et sur la nature des résidus (métabolisme) sont entreposés pendant un certain temps avant leur analyse. Au cours de cette période d'entreposage, il est possible que des résidus de pesticides et (ou) certains de leurs métabolites soient perdus à cause de processus comme la volatilisation ou des réactions enzymatiques. Par conséquent, afin de garantir que la nature et la concentration des résidus présents dans les échantillons au moment de leur prélèvement soient les mêmes que lors de l'analyse, des études contrôlées sont nécessaires pour évaluer l'effet de l'entreposage des échantillons sur les RP (résidus toxiques totaux). En d'autres termes, les titulaires d'homologation doivent démontrer que les résidus de pesticides sont stables pendant l'entreposage des échantillons à analyser ou indiquer les taux de perte des résidus au moment de l'analyse.

Dans le présent document, l'expression « stabilité durant l'entreposage » ne s'applique ni 1) aux données de stabilité durant l'entreposage des produits, destinées à l'industrie ou aux consommateurs et exigées en vertu des directives d'homologation, Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré* et Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués*, ni 2) à l'entreposage de denrées alimentaires dans des conditions commerciales types, c.-à-d. pendant l'entreposage et le transport des produits agricoles avant leur distribution aux consommateurs. Les études portant sur ce dernier cas sont des exemples d'études de « réduction des teneurs en résidus » ou de « résidus prévus », qui sont parfois requises pour une évaluation plus réaliste des résidus dans les aliments au moment de la consommation. Le présent document porte plutôt sur l'entreposage des échantillons à analyser, qui sont congelés dans la plupart des cas.

Des données de stabilité durant l'entreposage seront requises pour la plupart des études quantitatives des résidus (EQR), p. ex. les essais sur le terrain, les études de

transformation, les études d'alimentation chez des animaux, ainsi que pour les étalons primaires, les solutions mères, les solutions de travail des étalons. L'Agence accepte toutefois une exception : sauf s'il est connu qu'un pesticide ou résidu préoccupant est volatil ou labile, on n'exigera pas de données de stabilité durant l'entreposage pour les échantillons entreposés à l'état congelé pendant moins de 30 jours. Quant à la définition de « volatil ou labile », elle sera basée sur des informations telles que les propriétés physiques de base et les résultats des études métaboliques.

On trouvera au paragraphe 5.5 une discussion sur les exigences de stabilité durant l'entreposage s'appliquant aux études portant sur la nature des résidus ou aux études métaboliques.

5.3.1 Besoin d'études concomitantes

En théorie, on devrait obtenir les données de stabilité dans le cadre d'une étude quantitative des résidus, et non indépendamment de celle-ci. L'entreposage d'échantillons dont les teneurs en résidus sont connues avec des échantillons de produit traité constitue, en termes d'assurance de la qualité, une démarche semblable, par exemple, à la vérification de l'identité des substances d'essai. Si les échantillons traités devaient être soumis à des conditions d'entreposage instables par suite d'une panne d'électricité, les échantillons dont les teneurs en résidus sont connues pourraient servir à des mesures directes de tout effet que les fluctuations de température auraient pu avoir sur les résidus. Ainsi, l'utilisation d'échantillons concomitants de stabilité durant l'entreposage constitue une pratique analytique simple et bien fondée.

Donc, l'Agence préfère que les études de stabilité durant l'entreposage soient effectuées, dans la mesure du possible, parallèlement à l'étude quantitative des résidus correspondante. Alors que cela peut ne pas être possible pour les données exigées afin d'étayer des essais sur le terrain terminés utilisés à des fins d'homologation, ce devrait l'être dans le cas des nouvelles études quantitatives qui sont entreprises à l'appui des demandes d'homologation ou de renouvellement de celles-ci. Dans de nombreux cas, des études concomitantes de stabilité durant l'entreposage ne sont pas requises; s'il est constaté que les résidus de pesticides sont stables dans les matrices en jeu, une simple étude de stabilité durant l'entreposage effectuée dans un congélateur distinct, à un autre moment sera jugée acceptable, pourvu que les conditions d'entreposage (et particulièrement la température) soient les mêmes que celles de l'EQR correspondante. Toutefois, dans le cas des pesticides dont les résidus sont reconnus instables ou volatils, ou soupçonnés de l'être, des études concomitantes peuvent être nécessaires. En fait, pour ces pesticides, il est recommandé d'effectuer une étude de stabilité durant l'entreposage avant les EQR afin de déterminer les conditions adéquates d'entreposage et les durées maximales d'entreposage avant l'entreposage des échantillons traités.

F2

5.3.2 *Produits représentatifs à analyser*

L'utilisation de groupes de cultures est acceptable s'il est conforme à la section 15, *Groupes de cultures*. S'il est démontré que les résidus sont stables dans un produit donné, on peut alors supposer que les résidus du même groupe sont stables pendant la même période dans d'autres cultures si les conditions expérimentales sont les mêmes.

Pour ce qui est du nombre de cultures représentatives qui doivent être analysées (et dont les résidus s'avèrent stables) avant qu'on puisse tenir pour acquis que les résidus sont stables dans toutes les cultures, l'Agence estime qu'il faut soumettre à l'essai au moins cinq cultures différentes. Si un pesticide doit être appliqué à tous les types de cultures, les cultures suggérées pour une étude de stabilité durant l'entreposage sont les suivantes : 1) une graine oléagineuse (soja, ou noix), 2) une graine non oléagineuse, 3) un légume-feuille, 4) un légume-racine et 5) une culture de fruits ou de légumes-fruits. Les fruits ou légumes-fruits doivent être des produits acides, par exemples des agrumes ou des tomates. On considère que le maïs est une graine non oléagineuse, par opposition aux graines oléagineuses proprement dites. Les parties des cultures qui seront l'objet des études sont celles qui entrent dans la composition des aliments des humains et des animaux, soit celles pour lesquelles des données sont produites et des LMR sont établies (p. ex. le blé), soit celles pour lesquelles la quantité de résidus dans les aliments du bétail est évaluée (p. ex. le fourrage de blé et la paille de blé).

Les lignes directrices ci-dessus concernant les cultures représentatives valent pour les pesticides qui seront appliqués à tous les groupes de cultures. Beaucoup de pesticides ne sont appliqués qu'à une portion de ces groupes et, par conséquent, les cinq cultures susmentionnées ne sont pas toujours les plus appropriées. Étant donné que l'Agence ne peut fournir des directives pour toutes les combinaisons possibles de cultures à traiter, les demandeurs doivent faire preuve de jugement dans le choix des produits représentatifs pour les études de stabilité durant l'entreposage. Si, par exemple, un certain pesticide n'est appliqué qu'aux cucurbitacées et aux fruits à noyau, on doit fournir des données de stabilité pour une culture de chacun de ces groupes. Les demandeurs peuvent contacter l'Agence s'ils ne peuvent déterminer avec certitude quels produits devraient être testés pour une combinaison particulière de cultures traitées.

S'il est constaté que certains résidus sont instables dans tout produit représentatif, on exigera normalement des études supplémentaires de stabilité durant l'entreposage portant sur d'autres produits du même groupe si des tolérances sont recherchées pour ces cultures. Dans ce cas, le principe de la combinaison de groupes de cultures selon la section15, *Groupes de cultures*, peut ne pas s'appliquer.

Dans le cas des produits transformés, il existe trois principaux types de cultures pour lesquels l'Agence reçoit des données quantitatives des résidus, soit les oléagineux, les céréales et les fruits ou légumes-fruits (surtout les agrumes, les pommes et les tomates). Étant donné que certains des produits transformés (p. ex. les huiles, les jus et les pâtes de

neutralisation) ont des matrices très différentes des PAB de départ, des données de stabilité durant l'entreposage sont requises pour étayer les études de transformation. S'il est avéré que les résidus préoccupants d'un pesticide sont stables dans les produits transformés d'une des cultures de chacun des trois types ci-dessus, il ne sera généralement pas nécessaire de fournir des données supplémentaires de stabilité durant l'entreposage pour d'autres produits transformés (à la condition, bien entendu, que les conditions d'entreposage soient semblables et que les échantillons ne soient pas entreposés plus longtemps que ceux des produits transformés représentatifs).

Comme dans le cas des cultures, les directives concernant les produits transformés visent les pesticides appliqués à tous les types de cultures servant à la préparation de produits transformés dans lesquels des résidus peuvent se concentrer. Dans le cas des pesticides qui ne sont pas appliqués à toutes les cultures de ce type, des données de stabilité durant l'entreposage peuvent être nécessaires pour des produits transformés autres que ceux des trois types ci-dessus. Par exemple, si un pesticide n'est appliqué qu'à des cultures de légumes-racines, il faudra alors obtenir des données de stabilité durant l'entreposage pour les fractions transformées de cultures de pomme de terre ou de betterave à sucre.

Pour ce qui est des produits animaux, on exige normalement des données de stabilité durant l'entreposage pour étayer les études d'alimentation chez le bétail ou les études de traitement dermique. Les produits représentatifs à examiner devraient inclure les muscles (bétail ou volaille), le foie (bétail ou volaille), le lait et les oeufs. Si les résidus sont stables dans ces matrices, des analyses d'autres tissus (tissus adipeux et reins) ne seront pas nécessaires.

5.4 Exigences de stabilité durant l'entreposage pour les études quantitatives des résidus

5.4.1 Généralités

Normalement, on exige des données de stabilité durant l'entreposage pour chacun des constituants d'un RP observé lors d'EQR. Dans la plupart des cas, ces constituants sont ceux qui figurent dans l'énoncé de LMR. Toutefois, l'Agence autorisera au cas par cas l'utilisation de constituants représentatifs des résidus quand un grand nombre de constituants figurent dans l'énoncé de LMR. On conseillera alors aux titulaires d'homologation de communiquer avec l'Agence en cas de doutes concernant ces constituants.

5.4.2 Stabilité durant l'entreposage des solutions étalons

Il est important que la stabilité d'une solution de travail étalon soit démontrée afin de garantir que l'absorption, l'adsorption et la dégradation de l'étalon en solution n'est pas significative au cours de la période requise pour le dosage des résidus dans les échantillons.

On doit établir de façon non équivoque la stabilité des solutions de travail afin de déterminer le rapport entre la réponse du détecteur à une teneur donnée en fonction du temps d'entreposage au réfrigérateur ou au congélateur et en fonction du temps, le jour de l'analyse, pendant lequel les solutions étalons ont été maintenues à la température ambiante lors du dosage des substances d'essai.

Pour les exigences réglementaires concernant les bonnes pratiques de laboratoire (BPL), la stabilité des étalons d'essai et de référence ainsi que celle des solutions de travail, le demandeur peut se référer à la directive d'homologation Dir98-01, *Bonnes pratiques de laboratoire* de l'ARLA (Référence 3).

Pour chaque solution de travail de substance d'essai, on doit présenter un graphique indiquant la réponse du détecteur (en unités de surface) en fonction du temps et couvrant la période requise pour un jour donné, ainsi que pour la période de plusieurs jours (p. ex. 4-5 jours) pendant laquelle les analyses ont été effectuées. On peut extraire ces données à partir des injections d'étalons qui font normalement partie des données de dosage recueillies pour les études de résidus et la validation de la méthode.

Si le solvant utilisé pour la préparation de la solution mère ou de la solution de travail est changé, il faut alors fournir de nouveaux graphiques préparés comme ci-dessus, illustrant la stabilité de chacune des substances d'essai dans le nouveau solvant.

On doit indiquer les facteurs de réponse du détecteur (unités de surface/µg ou ng à un facteur d'atténuation donné) pour toutes les nouvelles solutions de travail pendant la période requise pour l'analyse de tous les résidus, effectuée lors des études métaboliques, des études de résidus, des études de rotation des cultures et des études d'alimentation.

i) **Composés d'essai et méthodes d'analyse**. Les échantillons peuvent provenir de cultures ou d'animaux traités sur le terrain par des pesticides ou par l'enrichissement de témoins (non traités) avec des teneurs connues de chacune des substances d'essai. Dans tous les cas, on doit utiliser, pour l'analyse des échantillons de stabilité durant l'entreposage, les mêmes méthodes d'analyse que celles qui ont servi aux EQR correspondantes. Sinon, il faudra obtenir des données pour montrer que cette méthode donne des résultats équivalents à ceux obtenus avec la méthode utilisée pour les EQR.

Les échantillons utilisés pour l'étude de stabilité durant l'entreposage peuvent aussi être obtenus à partir d'études métaboliques utilisant des produits radiomarqués. Dans ce cas, on doit doser les résidus à l'aide de la méthode d'analyse non radioactive utilisée pour les études quantitatives, ou à l'aide d'une autre méthode validée pour le dosage du RP. En d'autres termes, les données de stabilité durant l'entreposage ne peuvent pas être basées sur de simples valeurs de radioactivité totale (NOTA : Dans ce paragraphe, on ne traite pas des données de stabilité durant l'entreposage nécessaires pour étayer une étude

métabolique; en effet, cette dernière suppose l'examen du profil chromatographique de tous les résidus radiomarqués, conformément au paragraphe 5.5 du présent document.)

Dans les cas où, pour des produits traités sur le terrain, on ne met en évidence aucune quantité décelable de résidus (ou seulement de faibles teneurs voisines des seuils de détection de la méthode analytique), l'Agence recommande l'utilisation de témoins enrichis dans les études de stabilité durant l'entreposage. À cet égard, il est suggéré que les LMR à utiliser pour ces études soient égales à dix fois la limite de détermination de la méthode, avec une valeur minimum de 0,1 ppm. Cela diminue la probabilité que la stabilité des résidus soit impossible à vérifier à cause de taux de récupération fortement variables. Si les concentrations de résidus types observés lors d'EQR sont très supérieures aux teneurs minimum suggérées ci-dessus, il est alors préférable (mais non exigé) d'utiliser des teneurs comparables de résidus pour l'étude de la stabilité durant l'entreposage.

On doit éviter d'utiliser des méthodes d'analyse donnant des taux de récupération faibles et variables pour les études de stabilité durant l'entreposage (ainsi que pour les EQR). Peu importe la méthode utilisée, on doit analyser des échantillons fraîchement enrichis chaque fois que des échantillons de stabilité durant l'entreposage sont retirés de leur lieu d'entreposage pour des analyses. Ceci permettra la correction des valeurs de résidus observées pour les échantillons entreposés si des taux de récupération sont significativement plus élevés ou plus faibles que 100 % de la valeur des échantillons fraîchement enrichis.

Dans les cas où les RP sont constitués de plus d'un constituant, p. ex. d'un composé initial et de ses métabolites, on peut enrichir les échantillons de stabilité durant l'entreposage avec ce mélange si la méthode d'analyse permet le dosage séparé de chacun de ses constituant. Dans les cas où la méthode transforme tous les résidus en un dérivé commun, il est déconseillé d'utiliser, pour l'enrichissement, des mélanges ou des résidus traités ou altérés sur le terrain. Il semble qu'on peut déterminer l'acceptabilité de l'enrichissement avec un mélange (ou à l'aide d'échantillons traités sur le terrain) en se basant sur le type de produit chimique et sa toxicité quand on utilise une méthode produisant un dérivé commun. Par exemple, dans le cas des pesticides pour lesquels on note des préoccupations similaires de toxicité chronique reliées à un grand nombre de constituants résiduels, l'enrichissement avec un mélange suivi par l'utilisation d'une méthode produisant un dérivé commun seraient probablement acceptables. Par ailleurs, on ne peut utiliser une telle méthode pour les inhibiteurs de la cholinestérase là où des différences significatives de toxicité peuvent exister par suite de l'oxydation du composé initial en divers métabolites. En d'autres termes, dans ce dernier cas, il faudrait que la méthode détecte chacun des métabolites séparément.

5.4.3 *Forme de l'échantillon*

Idéalement, dans une étude de stabilité durant l'entreposage, la forme du produit (p. ex., homogénat, produit grossièrement haché, produit entier, extrait) devrait être la même que celle utilisée dans l'étude quantitative du résidu correspondante. Dans certains cas, il peut être nécessaire que l'étude de stabilité durant l'entreposage reflète l'entreposage sous plus d'une des formes ci-dessus. Par exemple, si des échantillons d'essai sur le terrain d'une culture sont entreposés sous forme d'homogénats pendant plusieurs mois avant d'être extraits et que ces extraits sont entreposés pendant plusieurs semaines avant l'analyse finale, les manipulations des échantillons de stabilité durant l'entreposage devraient être les mêmes.

Si une étude de stabilité durant l'entreposage ne reflète pas l'entreposage des extraits avant l'analyse finale, il n'est toutefois pas nécessaire de reprendre toute l'étude. Une méthode acceptable consisterait alors à enrichir des extraits d'échantillons non traités, à les entreposer en même temps et dans les mêmes conditions que les extraits correspondants des échantillons devant servir à l'étude quantitative des résidus, et à les analyser ensuite afin de déterminer la stabilité des résidus dans l'extrait. Pour éviter cette étude supplémentaire, on conseille aux demandeurs d'intégrer l'entreposage des extraits au protocole de leurs études de stabilité durant l'entreposage, à moins que leurs pratiques normalisées de laboratoire ne prévoient l'analyse des extraits le jour même de leur réception.

L'Agence a appris dernièrement que certains demandeurs entreposaient à l'état entier les échantillons destinés à l'étude quantitative des résidus, alors que les échantillons de stabilité durant l'entreposage étaient conservés à l'état d'homogénats. Cette technique est nécessaire pour garantir l'enrichissement uniforme de l'échantillon. À la condition que les résidus s'avèrent stables, l'Agence accepte normalement les résultats de ces études étant donné que l'utilisation d'un homogénat dans une étude de stabilité durant l'entreposage constitue vraisemblablement la pire éventualité par rapport à l'utilisation d'un produit entier. Le procédé d'homogénéisation peut libérer des enzymes, des acides et d'autres produits chimiques réagissant avec le pesticide ou ses métabolites. Si les résidus sont instables dans l'homogénat, l'Agence décidera au cas par cas s'il faut corriger les résultats pour tenir compte de la perte de résidus dans les produits entreposés à l'état entier en se basant sur les résultats obtenus avec les homogénats, ou elle prendra d'autres mesures (p. ex. exiger la répétition des essais sur le terrain avec des échantillons entreposés sous une forme différente et (ou) analysés plus rapidement après leur prélèvement). Pour cette décision, les facteurs à considérer sont notamment le degré de perte observé dans les échantillons homogénéisés et l'état actuel du risque représenté par le pesticide.

Selon les lignes directrices de la FAO, « Si un long entreposage ne peut être évité, il vaut généralement mieux procéder à l'extraction de l'échantillon, éliminer le solvant entièrement ou en partie et entreposer les extraits à basse température, de préférence à -

20°C ou moins ». L'ARLA ne croit pas que cette procédure devrait être la méthode préférée pour l'entreposage des échantillons, mais elle constitue une méthode acceptable pour l'entreposage d'échantillons entiers ou d'homogénats à la condition que les échantillons de stabilité durant l'entreposage soient manipulés de la même façon.

5.4.4 *Contenant des échantillons*

Comme c'est le cas pour la plupart des paramètres dans une étude de stabilité durant l'entreposage, le contenant des échantillons devrait, idéalement, être le même que celui qui sert pour les échantillons destinés à l'étude quantitative des résidus. Toutefois, l'Agence a appris dernièrement que la pratique habituelle des demandeurs consistait à entreposer les échantillons destinés à l'étude quantitative des résidus dans des sacs en plastiques (pour faciliter la manipulation et l'entreposage de gros échantillons qui ne seront pas nécessairement homogénéisés), alors que les échantillons de stabilité durant l'entreposage sont conservés dans des bocaux en verre (il s'agit d'échantillons plus petits et habituellement homogénéisés qui doivent être enrichis avec le RP dans la plupart des cas). L'Agence émet des réserves concernant cette pratique à cause des différences d'herméticité de ces contenants et des différences d'adsorption du pesticide par leurs matériaux constituants. Toutefois, si le pesticide n'est pas volatil, on ne rejettera pas des études pour la seule raison que des contenants différents ont été utilisés.

5.4.5 *Conditions d'entreposage*

L'Agence reconnaît que, dans la plupart des cas, il faut transporter les échantillons pour les EQR du site du traitement au laboratoire avant de les entreposer jusqu'à ce que l'analyse des résidus soit possible. On doit viser à garder les échantillons au froid pendant le transport, c.-à-d. qu'il faut les emballer avec de la glace sèche et réduire au minimum la durée des déplacements. L'étude de stabilité durant l'entreposage devrait ensuite simuler les conditions (température, humidité et lumière) utilisées en laboratoire pour l'entreposage des échantillons destinés aux EQR avant leur analyse. Avec le matériel disponible aujourd'hui, on devrait viser de préférence des températures d'entreposage de -20 °C ou moins. Pour les catégories de pesticides dont l'instabilité est connue, les demandeurs devraient même envisager l'utilisation de températures encore plus basses pour éviter les pertes de résidus durant l'entreposage, ou au moins les réduire. On doit aussi conserver les échantillons à l'obscurité afin d'éliminer la possibilité de réactions photochimiques. Bien que le présent document mette l'accent sur les études de stabilité durant l'entreposage, l'Agence tient à souligner qu'on doit toujours viser à assurer l'intégrité des échantillons destinés aux EQR, de leur prélèvement à leur entreposage au laboratoire. Les rapports des EQR devraient indiquer comment les échantillons doivent être manipulés et entreposés avant leur réception au laboratoire.

Dans le cadre des demandes de renouvellement d'homologation, on peut présenter ou examiner d'anciennes EQR pour lesquelles on ne connaît pas la température exacte d'entreposage, bien que les échantillons aient été conservés au congélateur. Si l'on utilise des études de ce genre à l'appui de demandes de renouvellement d'homologation,

l'Agence exige que des études de stabilité durant l'entreposage soient effectuées à deux températures (p. ex. à -5 °C et à -20 °C) à cause de l'incertitude qui touche la température d'entreposage des échantillons plus anciens. Les échantillons entreposés aux températures plus élevées doivent être analysés les premiers; si les résidus sont stables à cette température, il n'est pas nécessaire d'analyser ceux qui ont été entreposés à une température inférieure.

5.4.6 Fréquence des échantillonnages

L'Agence n'impose pas d'exigences strictes concernant le nombre d'intervalles d'échantillonnage qui devraient être examinés dans le cadre d'une étude de stabilité durant l'entreposage. Il doit y avoir un nombre suffisant de points de contrôle dans le temps pour permettre d'établir que les résidus sont stables pendant la période d'entreposage maximale pour les échantillons servant à l'étude quantitative des résidus ou pour montrer quelle quantité de résidus est perdue à divers points en fonction du temps, s'il s'avère nécessaire d'effectuer des corrections pour tenir compte de ces pertes. Dans tous les cas, les temps d'échantillonnage devraient comporter un temps zéro permettant d'établir les teneurs en résidus présentes lorsque les échantillons ont été entreposés. Le nombre minimum de temps d'échantillonnage variera selon la stabilité des résidus et la durée maximale de la période d'entreposage pour les échantillons servant à l'étude quantitative des résidus. Par exemple, si cette dernière n'est que de quelques mois, il peut être suffisant d'examiner des échantillons entreposés pendant cette durée et pendant une période intermédiaire (en plus de l'échantillon au temps zéro) si les résidus sont stables. Par ailleurs, plus de temps d'échantillonnage sont nécessaires si les échantillons sont entreposés pendant plusieurs années ou si l'on a constaté que les teneurs en résidus diminuent de façon significative après plusieurs mois d'entreposage.

On indique ci-dessous les intervalles suggérés dans les lignes directrices de la FAO (voir la référence 2). Ces valeurs ne font pas partie des exigences de l'Agence, mais les demandeurs doivent envisager leur utilisation. Si une dégradation relativement rapide des résidus est vraisemblable, on peut choisir des intervalles d'échantillonnage de 0, 14, 28, 56 et 112 jours. Pour des périodes d'entreposage plus longues et des résidus stables, on suggère des intervalles de 0, 1, 3, 6 et 12 mois. Dans tous les cas, il faut inclure l'intervalle d'entreposage le plus long utilisé pour l'étude quantitative des résidus, conformément à la discussion de la section suivante.

Les intervalles d'entreposage utilisés pour une EQR sont habituellement répartis sur une vaste plage. Il n'est pas nécessaire que l'étude correspondante de stabilité durant l'entreposage examine chacun des temps d'échantillonnage de l'étude d'EQR; habituellement, l'Agence interpolera les résultats si des corrections tenant compte des pertes sont nécessaires et lorsque les intervalles des deux études ne correspondent pas.

De plus, l'Agence n'impose pas d'exigences strictes concernant le nombre minimum d'échantillons par temps d'échantillonnage pour chaque substance d'essai. Même si dans

bien des cas, il peut être suffisant de disposer d'un seul échantillon entreposé (en plus des échantillons fraîchement enrichis), l'Agence encourage fortement les demandeurs à prévoir des échantillons de réserve en cas de problèmes (p. ex., faibles taux de récupération observés avec des échantillons fraîchement enrichis; obtention d'un résultat apparemment aberrant [dans ce cas, le fait d'avoir des échantillons supplémentaires peut justifier l'élimination de cette valeur]). De plus, des échantillons de stabilité durant l'entreposage peuvent être utiles si des échantillons traités sont finalement entreposés plus longtemps que prévu ou si des analyses supplémentaires d'échantillons traités sont requises par l'Agence.

5.4.7 Durée de la période d'entreposage

La durée d'une étude de stabilité durant l'entreposage devrait normalement être égale ou plus longue que la période maximale d'entreposage utilisée pour les échantillons correspondants destinés à l'étude quantitative des résidus. Toutefois, pour les cas dans lesquels des échantillons d'études de stabilité durant l'entreposage ont été entreposés pendant des intervalles plus courts que ceux utilisés avec les échantillons destinés aux études quantitatives correspondantes, on examinera au cas par cas la possibilité d'extrapoler les données de stabilité durant l'entreposage à des intervalles plus longs lorsqu'on a observé de faibles pertes aux intervalles d'entreposage plus courts. On n'examinera la possibilité de ces extrapolations que dans les cas où des données de stabilité durant l'entreposage sont disponibles pour au moins six mois et reflètent au moins trois temps d'échantillonnage en plus du temps zéro.

Dans certaines circonstances, l'Agence peut aussi accepter l'analyse d'échantillons fractionnés conservés provenant d'essais sur le terrain, au lieu de la procédure d'extrapolation ci-dessus. Dans certains cas, les échantillons traités provenant d'essais sur le terrain ou d'autres EQR sont partagés en plusieurs portions, dont l'une est analysée rapidement, p. ex. dans les 30 jours qui suivent la récolte, et l'autre ou les autres portions sont entreposées à l'état congelé. Si l'analyse des portions entreposées, après une période prolongée au congélateur, indique que l'échantillon contient la même teneur en résidus que la portion analysée dans les 30 jours suivant la récolte, l'Agence envisagera la possibilité d'utiliser ces analyses pour étayer les EQR.

Il faut noter que le processus d'extrapolation et l'utilisation d'échantillons fractionnés dont il a été question dans les deux paragraphes précédents doivent normalement être évités si l'on constate que les résidus d'un pesticide sont instables dans un produit quelconque. En d'autres termes, les données disponibles sur les autres cultures doivent démontrer que les résidus sont stables pour que l'Agence envisage d'utiliser ces autres méthodes en vue d'étayer les essais d'une culture donnée sur le terrain.

Au cours de l'évaluation, on peut s'interroger sur la nécessité d'effectuer de nouveaux essais de culture sur le terrain plutôt que des études de stabilité durant l'entreposage pour étayer les résultats d'anciens essais sur le terrain. Le critère utilisé pour décider quel type

d'étude il faut effectuer est normalement le temps le plus court. Supposons, par exemple, que des essais sur le terrain soient disponibles pour une culture, mais que les échantillons aient été entreposés pendant quatre ans et que l'on ne dispose pas de données de stabilité durant l'entreposage. Dans ce cas, afin d'accélérer le renouvellement de l'homologation, l'Agence demandera que de nouveaux essais sur le terrain soient effectués étant donné que ceux-ci demandent moins de temps qu'une étude de stabilité durant l'entreposage avec une période d'entreposage de quatre ans.

5.4.8 *Utilité des résultats d'études de stabilité durant l'entreposage*

Si une étude de stabilité durant l'entreposage indique une diminution limitée des résidus au cours de la période d'entreposage utilisée pour l'EQR correspondante, on appliquera généralement des facteurs de correction afin de déterminer les teneurs en résidus qui étaient présentes au moment du prélèvement des échantillons pour l'EQR. Toutefois, s'il y a eu de fortes pertes de résidus au cours de la période d'entreposage, il peut être nécessaire de répéter l'EQR avec des échantillons analysés plus rapidement après leur prélèvement. On appliquera des facteurs de correction pour des pertes durant l'entreposage atteignant jusqu'à 30 %; au-delà de cette valeur, l'Agence décidera de la validité des corrections au cas par cas en prenant en compte des facteurs comme les teneurs absolues (en ppm) et relatives (% de RP) du constituant instable durant l'entreposage.

Normalement, on ajustera ou on corrigera le degré de perte en fonction des taux de récupération liés à la méthode d'analyse avant d'appliquer la règle empirique de 30 %. En d'autres termes, on doit diviser la teneur apparente en résidus d'une substance d'essai après entreposage par le taux de récupération lié à la méthode d'analyse, avec des échantillons fraîchement enrichis et analysés en même temps. Supposons, par exemple, qu'un échantillon de stabilité durant l'entreposage ait été préparé initialement en l'enrichissant à 1,0 ppm (teneur confirmée par une analyse au jour zéro après une correction tenant compte d'un taux de récupération lié à la méthode de 75 %, obtenu avec un échantillon fraîchement enrichi). Après un entreposage pendant une période donnée, on analyse une portion de l'échantillon et on constate qu'elle ne contient que 0,63 ppm, soit une perte apparente de 37 %. Si l'on obtient des taux de récupération liés à la méthode de 70 % avec des échantillons fraîchement enrichis et analysés en même temps, la teneur corrigée en résidus des échantillons entreposés est de 0,63 ppm/0,70 = 0,90 ppm et par conséquent, le degré corrigé de perte durant l'entreposage est de 10 % (soit un taux corrigé de récupération de 90 % pour l'échantillon entreposé).

Le demandeur doit faire rapport des résultats corrigés ou non corrigés tant aux pertes durant l'entreposage qu'aux taux de récupération obtenus avec les méthodes d'analyse pour les EQR. Il doit aussi fournir l'équation utilisée pour établir la courbe de stabilité durant le storage, et les facteurs de correction.

5.5 Exigences de stabilité durant l'entreposage pour les études métaboliques

L'Agence doit déterminer si l'intégrité d'un échantillon a été maintenue pendant le prélèvement, la préparation et l'entreposage des échantillons au cours des études métaboliques chez les plantes et les animaux. Étant donné la difficulté d'enrichir les échantillons avant que l'identité d'un résidu ne soit connue et la durée de la période nécessaire aux études métaboliques, la position actuelle de l'Agence est que des données de stabilité durant l'entreposage ne devraient pas normalement être requises pour les échantillons analysés au cours d'une période de quatre à six mois suivant leur prélèvement, à la condition qu'il soit démontré qu'on a tenté de limiter la dégradation des résidus en utilisant des procédures adéquates d'entreposage des matrices et des extraits au cours de la partie analytique de l'étude. En d'autres termes, le responsable de l'examen doit être convaincu que les conditions d'entreposage n'ont pas invalidé les résultats obtenus par le demandeur.

Dans les cas où une étude métabolique n'a pu être achevée au cours de la période de quatre à six mois suivant le prélèvement des échantillons, on doit démontrer que l'identité des résidus n'a pas été altérée au cours de la période comprise entre le prélèvement et l'analyse finale. On peut présenter à cette fin des analyses de substrats représentatifs effectuées au début et à la fin de l'étude. Ces analyses doivent indiquer que le profil de base des résidus radiomarqués n'a pas changé au cours de cette période. Si des changements sont observés (p. ex. disparition d'un pic de chromatographie liquide à haute performance [CLHP] ou d'une tache de chromatographie sur couche mince [CCM]), il peut être nécessaire d'effectuer des analyses supplémentaires ou une autre étude métabolique avec un intervalle plus court entre le prélèvement et l'analyse des échantillons.

5.6 Rapport

Les rapports sur les études de stabilité durant l'entreposage doivent comporter une description détaillée des produits entreposés (bruts ou transformés), des composés analysés, du protocole expérimental et des conditions d'entreposage (p. ex. température du congélateur, durée d'entreposage, type de contenant, etc.), des méthodes de dosage des résidus et des instruments utilisés, des résultats de stabilité durant l'entreposage et de la présentation des données, de l'analyse statistique et enfin, des mesures de contrôle de la qualité (ou des précautions entourant celles-ci) qui ont été prises afin d'assurer la validité de ces opérations, et notamment les dates de chacune des étapes ci-dessus. Compte tenu de certains points discutés auparavant dans le présent document, il est particulièrement important que les demandeurs décrivent les procédures de préparation des échantillons (p. ex. grossièrement hachés ou homogénéisés) et les contenants dans lesquels ils ont été placés. On doit indiquer les différences entre ces procédures et ces contenants et ceux utilisés pour les EQR correspondantes et on doit fournir des données ou une explication justifiant le bien-fondé de ces méthodes quant à la validité des études. On doit également indiquer le numéro de l'étude dans la série des EQR correspondantes, s'il est connu.

On doit signaler les valeurs des échantillons individuels (plutôt qu'une valeur moyenne) lorsqu'on a analysé plusieurs échantillons à un temps donné. On recommande d'utiliser la présentation sous forme de tableau ci-dessous pour les résultats dont les taux de récupération dans des échantillons fraîchement enrichis comportent des corrections.

Produit	Substance d'essai	Teneur en résidus	Période d'entreposage	Taux de récupération dans des échantillons fraîchement enrichis	Taux de récupération apparent dans l'échantillon entreposé	Taux de récupération corrigé dans l'échantillon entreposé

Les valeurs de la deuxième colonne à partir de la droite représentent le taux de récupération apparent obtenu dans les échantillons entreposés. On peut diviser ces valeurs par celles des taux de récupération obtenus avec les échantillons fraîchement enrichis afin de déterminer le taux de récupération corrigé, qui est la mesure de la stabilité du résidu durant l'entreposage, comme on l'a expliqué précédemment.

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

5.7 Présentation des données

Voici une description point par point de l'ordre et de la disposition à suivre pour une étude.

5.7.1 Page titre/page de couverture

La page titre et la documentation supplémentaire exigée (données supplémentaires exigées et procédures relatives à la non divulgation de données confidentielles), le cas échéant, doivent précéder le contenu de l'étude présenté ci-dessous.

5.7.2 Table des matières

5.7.3 Sommaire/introduction

Cette section doit comprendre les rubriques suivantes : But, Introduction (avec un résumé sous forme de tableau des données de validation des conditions d'entreposage), Préparation et enrichissement des échantillons, Procédures d'entreposage et d'échantillonnage, Méthodes d'analyse et Méthodes de calcul.

5.7.4 Matériel

i) Substance d'essai

A) Si l'on utilise l'enrichissement, décrire les substances d'essai (nom chimique, nom(s) commun(s), nom(s) utilisé(s) pour les essais, nom CAS), et notamment les données de détermination ou de vérification de la pureté des composés à l'essai (composé initial et métabolites préoccupants), ainsi que la préparation des solutions étalons;

B) Si l'on utilise des échantillons de résidus altérés, décrire la nature et la quantité des substances d'essai qu'on y trouve au « temps zéro » (défini au début des essais de stabilité durant l'entreposage);

C) Autres renseignements (tout autre renseignement supplémentaire que le demandeur juge approprié et pertinent pour une description et une identification complètes et approfondies des substances d'essai utilisées pour l'essai de validation de la stabilité durant l'entreposage).

ii) Produit d'essai

A) Identification des PAB (culture/type/variété/nom botanique) et des parties spécifiques de la culture ou du produit transformé qui doivent être utilisées pour les essais de stabilité durant l'entreposage;

B) Stades de développement, état général (mature/immature, vert/mûr, frais/séché, etc.) et taille des échantillons de PAB utilisés pour les essais de stabilité durant l'entreposage;

C) Traitement/préparation des échantillons de PAB ou de produit transformé (p. ex. taille, nettoyage ou autres moyens d'élimination des résidus, compostage, préparation de sous-échantillons, hachage, extraction, etc.; se référer aux procédures recommandées dans les sections 141-142 du Volume I du document PAM de la FDA, référence 5);

D) Numéro d'identification de l'échantillon (provenance des échantillons, numéro d'identification des essais sur le terrain, témoin ou échantillon de résidu altéré, information de codage et d'étiquetage [doit être la même que celle attribuée à l'échantillon lors de la récolte, ou comporter un renvoi à cette information]);

E) Autres renseignements (tout autre renseignement supplémentaire que le demandeur juge approprié et pertinent pour une description et une identification complètes et approfondies des PAB.

5.7.5 Méthodes

i) Protocole expérimental (nombre des produits d'essai, nombre des substances d'essai, nombre des teneurs d'essai, nombre d'échantillons répétés par composé par teneur d'essai, nombre des intervalles d'échantillonnage, représentativité des produits d'essai par rapport aux matrices en jeu, etc.)

ii) Méthodes expérimentales

A) Méthode d'enrichissement, s'il y a lieu : décrire la façon utilisée pour l'introduction des composés analysés dans les substrats d'essai;

B) Conditions d'entreposage : indiquer la température, l'humidité, l'éclairage, le type et la taille des contenants, l'état de la culture (extrait, macérat, etc.), la taille et le poids des échantillons, la durée, etc.

C) Échantillonnage : décrire la procédure d'échantillonnage au temps zéro et à des intervalles réguliers par la suite. La durée de l'étude doit correspondre à la durée d'entreposage des échantillons utilisés pour les essais sur le terrain, recueillis pour l'analyse des résidus;

D) Les dates de préparation des échantillons (macération, extraction, etc.), de l'enrichissement ou de la détermination du type ou de la quantité de résidu altéré (au temps zéro), des intervalles périodiques d'échantillonnage, de la fin de l'entreposage et des analyses des résidus;

E) Méthodes d'analyse des résidus :

1) On doit présenter le titre, la désignation, la date et la source (PAM, Vol. II; littérature scientifique; rapports d'entreprises, etc.) ou un renvoi à la section de la méthode d'analyse si les mêmes méthodes sont utilisées;

2) On doit présenter une discussion sur tout écart (touchant les réactifs, les méthodes, les instruments, les paramètres opérationnels, etc.) par rapport aux méthodes utilisées pour l'analyse des résidus des échantillons d'essai sur le terrain ou de produits transformés, si les mêmes méthodes sont utilisées; sinon :

3) On doit présenter des explications détaillées sur les principes et les procédures séquentielles (extraction/purification, préparation de dérivés, dosage), et notamment sur toute modification effectuée, toute espèce chimique déterminée, toute technique de confirmation utilisée, le cas échéant, etc., ainsi que sur l'efficacité de l'extraction, s'il y a lieu;

4) On doit décrire les instruments et indiquer les paramètres opérationnels (marque/modèle, type et spécificité des détecteurs, colonnes (garnissage, taille), gaz vecteurs, débits, températures, tension, seuil de détection et sensibilité, méthodes d'étalonnage, etc.;

5) On doit expliquer l'utilisation des réactifs ou les étapes nécessitant des précautions particulières (pour éviter des risques ou des dangers pour la santé ou la sécurité);

6) On doit indiquer le temps requis pour l'analyse (pour le traitement complet d'un échantillon ou d'un ensemble d'échantillons selon la méthode d'analyse, y compris l'étape du dosage);

7) On doit indiquer les méthodes utilisées pour calculer les teneurs en résidus et les pourcentages de récupération (en détail);

8) Le demandeur doit fournir tout autre renseignement qu'il juge approprié et pertinent pour une description complète et approfondie de la méthode d'analyse et des méthodes de calcul des résultats concernant les résidus.

5.7.6 Résultats/discussion

i) Résultats concernant les résidus : données brutes, facteurs de dilution, hauteurs et surfaces des pics, facteurs de correction appliqués, formules/courbes d'étalonnage utilisées, valeurs théoriques et observées (ppm), taux de récupération (plage), pourcentage de récupération en fonction de la durée de l'entreposage (données sur les pertes), étude sur la pertinence de la durée d'entreposage, etc.;

ii) Traitements statistiques : décrire les essais appliqués aux données brutes;

iii) Contrôle de la qualité : indiquer les mesures de contrôle de la qualité (ou les précautions entourant celles-ci) prises pour garantir la fidélité des validations de la stabilité durant l'entreposage;

iv) Le demandeur doit fournir tout autre renseignement supplémentaire qu'il considère approprié et pertinent pour assurer une description complète et approfondie des résultats de la validation de la stabilité durant l'entreposage.

5.7.7 Conclusions

Analyser les conclusions possibles touchant la stabilité des composés à l'essai dans les matrices d'essai, en fonction de la durée d'entreposage.

5.7.8 Certification

Le directeur de l'étude doit fournir une attestation d'authenticité (signature, nom en caractères d'imprimerie, titre, affiliation, adresse, numéro de téléphone et date, etc.)

5.7.9 Tableaux/Figures

i) On doit présenter des tableaux des données brutes des essais de validation de la stabilité durant l'entreposage et un résumé sous forme de tableau des teneurs en résidus des échantillons entreposés en fonction des produits et de la durée d'entreposage.

ii) On doit inclure des graphiques, des figures, des ordinogrammes, etc.

iii) On peut aussi fournir l'équation utilisée pour établir la courbe de strabilité durant le storage, et les facteurs de correction.

5.7.10 Références

5.7.11 Annexe(s)

i) On doit fournir des exemplaires représentatifs des chromatogrammes, des spectres, etc.

ii) On doit présenter des tirés à part des méthodes et des autres études mentionnées (sauf si elles figurent déjà ailleurs dans le dossier, auquel cas un simple renvoi suffit.)

iii) Autres renseignements : inclure tout renseignement pertinent qui ne relève d'aucune autre section du rapport.

5.8 Références

1. United Nations Food and Agricultural Organization (FAO), Stability of Pesticide Residues in Stored Analytical Samples, 1994. Ébauche préparée par le Codex Committee on Pesticide Residues Working Group on Methods of Analysis and Sampling.

2. United Nations Food and Agricultural Organization (FAO), *Guidelines on Pesticide Residue Trials to Provide Data for the Registration of Pesticides and the Establishment of Maximum Residue Limits* - Part - 1 Plants and Products; 1986.

3. Directive d'homologation de l'ARLA, Dir 98-01, *Bonnes pratiques de laboratoire*, le 11 octobre 1996.

4. Directives d'homologation de l'ARLA, Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré*; Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués*; Dir93-15, *Critères d'homologation des adjuvants*, le 23 octobre 1993.

5. *Pesticide Analytical Manual* (PAM), Vol. I and II, 1994, Food and Drug Administration, Washington, D.C., É.-U.

Disponible auprès de la Field Operations Division (7506C), Office of Pesticide Programs, Environmental Protection Agency, 401 M St., S.W., Washington, DC, 20460, É.-U., ou par courrier électronique à l'adresse : Guidelines@epamail.epa.gov for E-Mail, ou encore par Internet à l'adresse : www.epa.gov.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 6

L'EAU ET LE POISSON

6.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif. Les Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada sont établies par la Direction générale de la conservation des écosystèmes d'Environnement Canada. Des limites maximales de résidus (LMR) peuvent être établies pour des pesticides utilisés sur des plans d'eau destinés à la consommation humaine, ou à proximité.

6.2 Introduction

Ces études sont utilisées par l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) pour déterminer les concentrations de résidus de pesticides dans l'eau, le poisson et les cultures irriguées lorsque des produits chimiques sont appliqués directement dans l'eau. Les données sont utilisées dans l'évaluation des risques d'ingestion et, dans le cas du poisson et des cultures irriguées, pour établir les LMR à appliquer. L'étiquetage en matière de chimigation et les données de résidus exigées sont décrites dans la directive d'homologation Dir93-13 de l'ARLA, *Chimigation*.

6.3 Généralités

1. L'utilisation de pesticides dans des sites aquatiques ou à proximité (étangs, lacs, bassins, mares-réservoirs et champs habituellement inondés et drainés dans le cadre de pratiques agricoles normales, avant, durant ou après un traitement aux pesticides) peut se traduire par la présence de résidus dans l'eau, les poissons et invertébrés aquatiques, les cultures irriguées, la viande, le lait, la volaille et les oeufs. Pour chacun de ces produits, il faut des données adéquates pour illustrer la nature du résidu et la concentration de résidus résultant de l'utilisation maximale proposée. Étant donné la nature des utilisations aquatiques, il faut bien faire comprendre à l'opérateur qu'il doit se plier à certaines restrictions pratiques.

2. Les essais sur le terrain conçus pour démontrer le devenir d'un pesticide dans un milieu aquatique doivent être directement liés à l'utilisation habituelle du pesticide et aux restrictions qui s'appliquent à son utilisation. Dans le cas de champs traités avant ou après une inondation, il faut tenir compte dans la conception de l'essai sur le terrain du moment choisi de l'inondation, du volume d'eau utilisé et de la méthode d'inondation dans le cadre des pratiques agricoles normales. Un autre exemple : l'utilisation d'un pesticide dans des bassins complètement sous le contrôle de l'utilisateur peut faire l'objet de restrictions pratiques sur l'étiquette quant à l'abreuvement des animaux, la pêche ou l'utilisation comme eau potable ou quant à l'irrigation pendant un certain temps après le traitement. Par ailleurs, de telles restrictions ne seraient pas pratiques dans le cas de l'utilisation d'un pesticide dans un cours d'eau. Dans ce dernier type d'utilisation, des restrictions quant à la

distance du traitement par rapport à des prises d'eau d'irrigation ou domestique pourraient se révéler pratiques.

3. En général, des protocoles distincts seront requis pour les eaux tranquilles (lacs, étangs), les eaux courantes, les réseaux d'irrigation, les champs inondés et drainés et les estuaires de marée. Le devenir du composé doit être indiqué en fonction de son taux de dispersion en aval, de sa dégradation, de sa volatilisation ou de sa sorption par des plantes ou le sol saturé d'eau. Il faut identifier les produits de dégradation dans l'eau et il peut être nécessaire d'en mesurer la concentration.

6.4 L'eau

Des données de résidus sont exigées pour toute eau des divers systèmes aquatiques dont il a été fait mention ci-dessus qui pourrait directement ou par mégarde être affectée par l'utilisation d'un pesticide (c.-à-d. un étang, un champ, un canal de drainage, une rivière, un estuaire). Les données recueillies doivent indiquer la concentration la plus élevée susceptible de se présenter dans l'eau. Si un mécanisme de surveillance est utilisé, il faudrait que des échantillons soient prélevés avant le traitement aux pesticides, puis périodiquement par la suite pour montrer la réduction graduelle des résidus de pesticides.

À moins qu'elles soient déjà fournies dans le cadre d'études sur le devenir dans l'environnement, les données de résidus dans l'eau traitée doivent être fournies au lieu d'application ou à proximité en fonction du temps après le traitement, jusqu'à ce qu'on observe une réduction des concentrations de résidu dans l'eau (3 points ou une courbe montrant la réduction).

6.5 Le poisson

1. Une étude métabolique chez un poisson prédateur (p. ex achigan) ou un poisson se nourrissant sur le fond (p. ex. poisson-chat) est requise lorsque les poissons risquent d'être exposés à un pesticide ou à ses produits de dégradation. Lorsqu'on ne détecte pas de ^{14}C chez le poisson dans une étude métabolique statique, les études suivantes sur les résidus chez le poisson ne sont pas requises. Les études de résidus chez un invertébré aquatique seront toutefois toujours requises.

2. Les études des résidus chez un poisson et un invertébré aquatique peuvent être de divers types selon le système aquatique en jeu. On peut procéder à une exposition contrôlée à certains intervalles dans des conditions statiques ou dynamiques dans des aquariums, ou on peut exposer les spécimens dans des sites naturels lorsque la zone traitée peut être isolée, par exemple par des cages. Les études dans des conditions naturelles sont préférables. Les échantillons prélevés pour l'analyse doivent répondre à la définition de produit de poisson (« fish commodity ») qui apparaît dans le *Pesticide Analytical Manual* (PAM), Volume I (voir l'alinéa g)1)). La LMR proposée chez le poisson doit être exprimée en fonction de la portion comestible. Dans le cas du poisson, des études de résidus doivent être effectuées

chez un poisson se nourrissant sur le fond (p. ex poisson-chat) et sur un poisson prédateur (p. ex. achigan). Dans le cas des invertébrés aquatiques, des données sont exigées pour les mollusques (p. ex. mye, huître) et les crustacés (p. ex. crevette, crabe). Lorsque le produit est utilisé dans des zones estuariennes, on peut exiger des données sur des concentrés de protéines de poisson entier, du poisson fumé, du poisson en conserve ou d'autres produits de poisson transformés.

6.6 Les cultures irriguées

Les expériences destinées à montrer la présence de résidus éventuels dans des cultures irriguées avec de l'eau traitée peuvent faire appel au mode de regroupement des cultures décrit dans la section 15, *Groupes de cultures*. Il faut normalement fournir des données sur les résidus dans des cultures représentatives de chacun des groupes de cultures. Lorsqu'on a déterminé que des résidus sont susceptibles de se présenter dans l'eau qui peut être ingérée par des animaux d'élevage, il faut effectuer une étude métabolique chez des animaux et peut-être des études d'alimentation conformément aux sections 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage* et 8, *Viande/lait/ volaille/oeufs*, respectivement.

6.7 Références

1. *Pesticide Analytical Manual*, Vols. I and II, (1994), Food and Drug Administration, Washington, D.C.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U. 22161.

2. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

3. Directive d'homologation de l'ARLA Dir93-13, *Chimigation*, 1993.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 7

MANUTENTION DES ALIMENTS

7.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

7.2 Introduction

Il faut mener des études visant à déterminer les résidus dans les aliments destinés aux humains et aux animaux, qui ont été en contact avec des pesticides à la suite de l'application de ces produits dans les établissements où ils sont manutentionnés.

7.3 Definitions

i) Un établissement de manutention des aliments est un lieu ou un endroit, autre qu'une habitation privée, où l'on garde, transforme, prépare et (ou) sert des aliments.

A) Les aires non alimentaires des établissements de manutention des aliments comprennent les salles à ordures, les locaux sanitaires, les drains de plancher (menant aux égouts), les entrées et les vestibules, les bureaux, les vestiaires, le local de la machinerie, la chaufferie, les garages, les armoires à balais et les locaux d'entreposage (où sont gardés les produits en conserve, embouteillés ou emballés).

B) Les aires alimentaires des établissements de manutention des aliments comprennent les aires où l'on reçoit, sert, entrepose (à sec, à froid [congélation et surgélation] et à l'état cru), emballe (conserves, bouteilles, emballages, boîtes) et prépare (nettoie, tranche, cuit, hache) des aliments et où l'on entrepose des déchets comestibles; elles comprennent également les procédés en circuit fermé (meuneries, laiteries), ou de production d'huiles comestibles et de sirops.

ii) Les méthodes d'application des pesticides utilisées dans les établissements de manutention des aliments sont définies de la façon suivante :

A) Par application aérienne, on entend la dispersion dans l'air de pesticides au moyen de brumisateurs, de nébulisateurs, de pulvérisateurs ou d'autres dispositifs en vue de lutter contre les insectes en vol.

B) Par application généralisée, on entend l'application de pesticides sur de grandes superficies, comme les murs, les planchers et les plafonds, ou encore l'application à l'extérieur.

C) Par application localisée, on entend une application de pesticides sur des superficies restreintes où il risque d'y avoir des ravageurs; habituellement, les pesticides n'entrent pas en contact avec les aliments ou les ustensiles ni avec les travailleurs. Les superficies restreintes peuvent être situées sur des planchers, des murs et la base ou le dessous de pièces d'équipement. Aux fins du présent document, une « superficie restreinte » n'excède pas 0,186 m^2.

D) Par application dans les fissures et les lézardes, on entend une application de petites quantités de pesticides dans les fissures et les lézardes où les ravageurs se cachent ou par lesquelles ils peuvent entrer dans le bâtiment. On retrouve des fissures et des lézardes de ce genre dans les joints de dilatation, entre les différents éléments d'une construction et entre les pièces d'équipement et les planchers. Elles peuvent mener à des vides comme des murs creux, des pattes et des bases de pièces d'équipement, des coquilles de moteur et des boîtes de dérivation ou d'interrupteurs.

7.4 Procédure

i) Les établissements visés dans le présent document comprennent les opérations commerciales appartenant aux divers types énumérés dans chacune des catégories figurant au tableau 1.

TABLEAU 1

Catégories et types représentatifs des établissements de manutention des aliments

Catégorie	Types représentatifs
Services alimentaires[1]	Restaurants, cafétérias, tavernes, charcuteries, mess, aires de repas des écoles et des institutions, hôpitaux, cantines ambulantes, distributeurs automatiques, épiceries et marchés.
Établissements manufacturiers[2]	Fabriques de bonbons, fabriques de crème glacée, fabriques de pâtes alimentaires, fabriques d'aliments divers, fabriques de céréales à déjeuner, boulangeries, brasseries, établissements vinicoles, usines d'embouteillage de boissons gazeuses, fabriques de pizzas.
Établissements de transformation[3]	Abattoirs et (ou) usines de conditionnement de viandes, de volailles et de poissons et de fruits de mer, usines de conditionnement d'épices, fabriques de graisses alimentaires et huileries, conserveries de fruits et de légumes, fabriques de cornichons, fabriques de boissons (café, thé), usines de conditionnement d'aliments frais congelés, meuneries, laiteries.

1 Tout établissement de manutention des aliments dont l'activité principale consiste à vendre des aliments directement aux consommateurs. La fabrication et (ou) la transformation d'aliments par un établissement de ce genre n'est qu'accessoire à son activité principale.

2 Tout établissement de manutention des aliments dont l'activité principale consiste à fabriquer et (ou) à emballer des aliments manufacturés qui sont habituellement destinés à être vendus par des établissements de services alimentaires ou par leur entremise. Ces genres d'aliments sont généralement composés de deux ou de plusieurs ingrédients qui ont été transformés d'une façon qui a modifié leur identité initiale.

3 Tout établissement de manutention des aliments dont la principale activité consiste à améliorer et (ou) à conserver des produits agricoles bruts de façon à préserver leur identité initiale. Ce genre d'établissement peut vendre ses produits directement aux consommateurs et (ou) aux établissements de services alimentaires ou de manutention des aliments.

Les données résultant d'essais menés dans deux types d'établissement différents de chaque catégorie sont normalement suffisantes pour permettre l'utilisation d'un pesticide dans tous les types d'établissement dont fait partie l'établissement examiné. Il faudra faire preuve de jugement lors du choix des essais à effectuer sur des types d'établissement ainsi que du nombre d'essais nécessaire, afin d'assurer une représentation adéquate de la catégorie en question. Il pourrait être nécessaire de d'examiner plus de deux types d'établissement, compte tenu des cas individuels. Les pratiques et les programmes d'assainissement en vigueur dans l'usine, ainsi que le genre de construction (bois, blocs de ciment, etc.), sont des facteurs importants à considérer. Habituellement, l'utilisation des pesticides englobe des applications aériennes, généralisées, localisées ou dans les fissures et lézardes, tant dans les aires alimentaires que les aires non alimentaires de l'établissement à l'étude. L'obtention de résultats acceptables à la suite d'un essai incluant le genre de traitement le plus rigoureux (aérien / généralisé / localisé / fissures et lézardes) pourra dispenser de la nécessité de procéder à des essais comportant des traitements moins rigoureux et permettra l'homologation du pesticide pour les utilisations moins rigoureuses. En fait, dans de nombreux cas, il suffira de mener une seule étude approfondie où l'on prévoira les pires cas pour ce qui est des résidus, pour couvrir l'utilisation du pesticide dans tous les types d'établissement. Il est conseillé aux demandeurs de soumettre un protocole avant d'entreprendre une étude sur les résidus si leur objectif est d'étayer l'utilisation d'un pesticide dans des établissements de manutention des aliments. Les applications faites dans les établissements aux fins des essais devraient être exécutées conformément à l'étiquetage proposée.

ii) Il faut concevoir l'essai de façon à tenir compte de toutes les voies de contamination possibles, ainsi que des propriétés physiques et chimiques du pesticide, de la proximité des aliments et des barrières de protection, comme il peut être précisé dans la réglementation, la méthode d'application et les restrictions quant à l'utilisation.

iii) Il faut prendre en considération au moins les modes de transfert suivants des résidus, le cas échéant :

A) Dépôt direct de gouttelettes sur les aliments, absorption directe par les aliments des fumigants ou des particules de poussière transmises par l'air.

B) Volatilisation des dépôts résiduels et absorption subséquente par les aliments.

C) Transfert direct des résidus à partir des superficies traitées (dessus de comptoirs, armoires, ustensiles, matériaux d'emballage, etc.)

D) Volatilisation accompagnée d'une condensation sur les superficies où les aliments sont déposés par la suite.

E) Fuite ou suintement du produit chimique à partir des dispositifs ou des matériaux imprégnés que l'on suspend dans les établissements pour lutter contre les animaux nuisibles.

F) Transfert du pesticide au travers de barrières qui empêchent son passage (p. ex., transfert du papier pour tablettes à l'aliment emballé).

G) Transfert de résidus par des ravageurs à partir des points d'appât ou des aires traitées jusqu'aux aliments ou aux surfaces entrant en contact avec les aliments, ou contamination par des insectes qui sont tombés sur ces aires et surfaces.

H) Dépôt de produits chimiques solides ou cristallisés provenant de pulvérisations répétées sur les plafonds, au-dessus des aires de manutention des aliments.

I) Émission de vapeurs, de gouttelettes ou de particules par les systèmes de ventilation forcée (climatisation centrale, systèmes de chauffe-conduit).

J) Émission de résidus dans les opérations de transformation en continu des aliments en raison du traitement des rejets et déchets, des convoyeurs, des navires, etc., lors de la cessation des activités (p. ex., meuneries).

iv) Il est possible d'éliminer (ou de grandement diminuer) de nombreuses sources évidentes de contamination en imposant des restrictions et des modifications à l'utilisation des pesticides, aux méthodes d'application, au type d'établissement traité ou à la nature du produit ou de la formulation. Il faut soumettre des données afin d'établir l'importance relative de ces facteurs sur les concentrations de résidus qui pourraient résulter des applications de pesticides. Il faut mener des expériences prévoyant l'analyse d'aliments représentatifs soumis à une exposition par l'un ou l'autre des modes susmentionnés qui peuvent s'avérer des sources de contamination.

v) Le choix des échantillons à soumettre à l'analyse apparaîtra évident lorsqu'il s'agit d'utilisations plus spécialisées, (p. ex., meuneries). Dans les situations où les modes d'exposition sont plus généralisés (p. ex., épiceries), le choix d'échantillons devrait être représentatif d'une gamme d'aliments, tels un aliment huileux (beurre), des produits céréaliers cuits (p. ex., pain), des boissons (p. ex., lait), des viandes crues et transformées ainsi que des fruits et légumes frais (laitue).

vi) Afin de bien établir les concentrations de résidus résultant d'une grande variation des conditions attendues dans les situations réelles et d'évaluer la possibilité d'une mauvaise utilisation d'un pesticide, il faut inclure dans l'expérience quelques expositions excessives, comme une pulvérisation à deux fois la dose (2X), l'exposition des aliments au pesticide pour des périodes plus longues que la

normale, ou même l'exposition de certains aliments qui normalement devraient être recouverts au moment du traitement.

7.5 Référence

1. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS 860. EPA Report No. 7/2-C-96-169, August 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É-U.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 8

VIANDE/LAIT/VOLAILLE/OEUFS

8.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues,* de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

8.2 Introduction

Lorsque des résidus de pesticides sont décelés dans des aliments destinés aux animaux, il faut présenter des données sur le transfert des résidus dans la viande, le lait, la volaille et les oeufs. Ces données sont également requises lorsqu'un pesticide est administré directement aux animaux. Les résultats de ces études servent à déterminer quels constituants du résidu préoccupant (RP) sont présents et à quelles concentrations on devrait trouver des résidus secondaires dans la viande, le lait, la volaille et les oeufs, afin de fixer une limite maximale de résidus (LMR) appropriée.

8.3 Données exigées

On doit présenter des données montrant les concentrations de résidus qui se retrouveront dans la viande (muscles), les sous-produits de viande (foie, reins) et les matières grasses des ruminants, la volaille (muscles, matières grasses, foie), les oeufs et le lait. Il faut fournir ces données lorsqu'un pesticide doit être administré directement aux animaux d'élevage ou que des résidus sont décelés dans les aliments des animaux. Étant donné qu'il faudra peut-être établir des LMR pour des résidus retrouvés dans les produits animaux, les études d'alimentation chez les animaux doivent non seulement montrer s'il y a transfert des résidus, mais elles doivent également servir à établir les LMR appropriées dans ces produits animaux.

8.4 Réalisation des études

8.4.1 Études d'alimentation

i) Dans la plupart des cas, seul le pesticide initial sera ajouté au régime alimentaire des animaux. Toutefois, dans les cas où le composé initial ne constitue qu'une faible proportion du RP, il peut être acceptable d'administrer un mélange du composé initial et des métabolites d'origine végétale. Dans les cas où un métabolite est uniquement d'origine végétale, c.-à-d. qu'il n'est pas formé chez les animaux, il pourra s'avérer nécessaire de réaliser une étude séparée dans laquelle ce métabolite sera administré. Un demandeur qui se propose d'administrer un mélange ou un métabolite uniquement d'origine végétale devrait communiquer avec l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) avant de commencer une telle étude. L'étude d'alimentation doit comprendre le niveau d'ingestion prévu (1X) (voir le paragraphe suivant), plus deux niveaux en excès (3X et 10X). Le niveau 1X doit représenter le pire cas d'exposition des animaux basé sur l'hypothèse que tous les constituants de l'aliment renferment des résidus. Les niveaux en excès sont particulièrement importants advenant des utilisations futures du pesticide sur

d'autres aliments et pour permettre de déterminer si les concentrations de résidus dans les tissus varient de façon linéaire avec la concentration dans l'aliment. La dose administrée doit être exprimée en concentration (ppm) par rapport à la ration totale (matières sèches), de manière à ce que l'ARLA puisse comparer la dose administrée et celle prévue à partir de l'utilisation proposée. La dose ingérée doit être exprimée en milligrammes par kilogramme de poids corporel.

ii) En choisissant la dose à administrer à partir de la ration totale, le demandeur doit tenir compte de la proportion de l'aliment renfermant le résidu dans le régime et, dans le cas des ruminants, du pourcentage de matières sèches (MS) de l'aliment. On se référera au tableau I de la présente section pour déterminer la proportion des divers aliments dans le régime. La correction utilisée pour tenir compte du pourcentage de MS est expliquée plus en détail à l'alinéa 8.5 de la présente section. Par exemple, le fourrage sec de maïs (83 % de MS) peut dans certains cas constituer jusqu'à 25 % de la ration totale (MS) des bovins. Si l'on s'attend à un résidu de 5 ppm d'un pesticide donné sur le fourrage sec de maïs, la ration totale (MS) devrait être enrichie en ce pesticide à raison de 1,5 ppm ([5,0 ppm/0,83] x [0,25]), ce qui correspond au niveau d'ingestion prévu de 1X. Si d'autres aliments renfermant le résidu sont combinés au fourrage sec de maïs dans la ration, il faut ajouter la quantité correspondante de résidu à la ration. Comme on l'a fait observer, il faut également deux doses correspondant à des concentrations en excès, de préférence 3X et 10X ou des concentrations plus élevées si la toxicité du pesticide le permet.

iii) Il faut des études séparées chez un ruminant et une volaille lorsque des résidus sont présents dans les aliments destinés à ces animaux, ou encore lorsqu'on propose de traiter directement l'animal. Les espèces de choix pour ces études d'alimentation sont la vache et le poulet. Dans la plupart des cas, les résultats de l'étude d'alimentation chez les bovins serviront à établir la LMR pour les chèvres, les porcs, les chevaux et les moutons. Les données ne seront pas extrapolées d'un autre animal de boucherie vers la volaille. Toutefois, dans le groupe de la volaille, les données obtenues chez des poulets seront habituellement acceptées pour les dindons. Les données sur les résidus dans le lait obtenues chez des vaches pourront habituellement s'appliquer aux chèvres.

iv) En plus d'établir une ligne de base ou un blanc au cours d'une période de traitement préliminaire, il faut prévoir des animaux témoins avec les animaux traités tout au long de l'expérience. Cette pratique est hautement recommandée, car on a observé que les valeurs obtenues chez des animaux témoins variaient au cours des études d'alimentation. Le nombre d'animaux à utiliser pour chaque traitement et comme témoins varieront selon les conditions, mais en règle générale, chaque groupe dans une étude d'alimentation chez les bovins devrait comprendre au moins trois animaux. Dans le cas des études d'alimentation chez la volaille, il faut utiliser au moins 10 oiseaux par groupe. Il est souvent conseillé de prévoir des animaux

additionnels pour déterminer le taux de réduction des résidus à la fin de la période d'administration; ainsi, lorsqu'on mesure des concentrations de résidus supérieures à la LMR, on pourra déterminer le temps nécessaire pour que ces concentrations reviennent au niveau de la LMR.

v) Les animaux d'élevage doivent recevoir une dose quotidienne pendant au moins 28 jours ou jusqu'à ce qu'on observe un plateau de la concentration de résidus dans le lait ou les oeufs. Un délai d'attente est conseillé après la période d'alimentation (habituellement 7 jours) chez un autre animal recevant la dose la plus élevée.

vi) Lorsqu'une formulation d'aliment est conçue expressément pour modifier les caractéristiques de l'absorption dans le système digestif, il faut utiliser cette formulation dans l'étude d'alimentation.

8.4.2 Traitement direct de l'animal

i) Lorsqu'on propose de traiter directement des animaux destinés à l'alimentation avec un pesticide, il faut des données montrant les concentrations de résidus qu'entraîne cette utilisation. Le traitement expérimental doit se rapprocher aussi près que possible des conditions dans lesquelles le pesticide sera utilisé commercialement. Les animaux traités doivent être accompagnés d'animaux témoins. Il faut tenir compte de certains facteurs comme, par exemple, savoir si des moutons qui sont traités par immersion étaient fraîchement tondus ou non tondus. En général, il faut effectuer des études séparées chez chaque espèce d'animal d'élevage traitée.

ii) Lorsqu'un pesticide peut être appliqué dans plus d'un type de formulation ou par plus d'un mode de traitement, il faut effectuer des études séparées correspondant à l'usage ou à la combinaison d'usages proposée. Toutefois, les données obtenues pour un usage en bassin d'immersion ou par vaporisation à pression élevée sur des bovins pourront être acceptées à la place de données obtenues pour un traitement par poudrage, mais non l'inverse. Lorsqu'on propose des dispositifs qui permettent un accès illimité (p. ex. gratte-dos insecticide), l'expérience doit être conçue pour assurer l'exposition maximale de l'animal au pesticide. Des données correspondant à des traitements en excès sont souhaitables.

iii) Lorsque les animaux d'élevage sont exposés à un pesticide par leur alimentation et par traitement direct, l'étude quantitative du résidu doit correspondre à la concentration de résidus prévue dans le cadre des scénarios d'exposition combinés. Lorsque des études séparées d'alimentation et de traitement direct ont été effectuées, il est habituellement acceptable d'ajouter les concentrations de résidus obtenues dans le cadre de ces deux études pour déterminer la LMR appropriée. Toutefois, la LMR ainsi obtenue pour les produits animaux peut être trop élevée.

8.4.3 *Études sur l'utilisation dans des établissements agricoles*

Lorsque des pesticides sont utilisés dans des établissements agricoles de manière que les restrictions ne peuvent pas empêcher l'éventualité que des résidus se retrouvent dans la viande, le lait, la volaille ou les oeufs, des études sur les résidus devraient être effectuées dans des conditions maximales d'exposition. Des études séparées sont requises chez des ruminants (bovins), des non ruminants (porc) et la volaille (poulet). Ces études doivent prévoir toutes les voies possibles de transfert des résidus :

i) absorption directe (voie dermique ou inhalation) de vaporisations, de brouillards ou de projections chez les animaux présents.

ii) consommation directe (p. ex. léchage de surfaces traitées par des appâts à base de sucre, ingestion de granules appâts par la volaille ou contamination des aliments, des mangeoires ou des bassins d'abreuvement).

iii) contamination directe du lait par suite d'un dépôt sur l'équipement de traite, du traitement de la laiterie, etc.

8.4.4 *Échantillonnage de la viande, du lait, de la volaille et des oeufs*

i) Les échantillons de lait et d'oeufs doivent être prélevés deux fois par jour. En ce qui concerne la taille de l'échantillon, se référer aux recommandations du Codex Alimentarius, à l'annexe I de la section 9, *Essais dans les cultures sur le terrain*, « Lignes directrices relatives à la taille minimale des échantillons de produits agricoles devant être prélevés dans le cadre des essais contrôlés sur le terrain aux fins du dosage des résidus ». Les oeufs provenant d'oiseaux appartenant à un groupe de traitement peuvent être regroupés au besoin de façon à obtenir un poids d'échantillon suffisant pour l'analyse et l'entreposage des échantillons. Le lait d'animaux appartenant à un groupe de traitement ne doit pas être regroupé, de façon à obtenir des données pour chaque animal. Toutefois, il est acceptable de réunir les traites du matin et du soir provenant d'une même vache proportionnellement à la production. Il faut analyser suffisamment d'échantillons de lait et d'oeufs regroupés (de préférence deux fois par semaine au moins) pour permettre la détermination de l'évolution des résidus avec le temps durant l'entreposage. Il faut analyser trois échantillons distincts de lait et d'oeufs à chaque temps d'échantillonnage pour chaque dose ingérée. On conseille aux demandeurs d'analyser d'abord les échantillons provenant des animaux qui reçoivent la dose la plus élevée. Si l'on n'observe pas de résidus mesurables dans ces échantillons, il n'est pas nécessaire d'analyser ceux provenant d'animaux qui ont reçu des doses plus faibles.

ii) Lorsqu'on observe des résidus détectables dans le lait entier à une dose donnée, il faut analyser 4 échantillons de matière grasse du lait, une fois que le plateau est atteint, pour montrer comment les résidus se répartissent dans le lait. On peut

utiliser cette information pour déterminer s'il est nécessaire de préciser une LMR spécifique de la matière grasse du lait de façon à calculer le risque lié à l'alimentation de façon plus précise. Lorsque l'étude métabolique n'indique aucune trace de résidus marqués au ^{14}C dans le lait ou que les résidus ne se répartissent pas ou ne se concentrent pas dans la matière grasse, on peut être exempté d'obtenir les données susmentionnées.

iii) Analyse des oeufs. L'analyse doit être effectuée sur le jaune et le blanc combinés en un seul échantillon. On peut également analyser le jaune et le blanc séparément à condition de connaître le poids de chaque fraction de façon à pouvoir calculer la concentration de résidu dans l'oeuf entier.

iv) Les animaux doivent être abattus moins de 24 heures après le dernier traitement et les échantillons de tissus doivent être prélevés et congelés le plus rapidement possible, à moins que l'animal ne soit retenu pour un délai d'attente après le traitement. Les concentrations de résidus mesurées dans des tissus provenant d'animaux abattus longtemps après la fin du traitement sont inutilisables pour la détermination des LMR; par conséquent, s'il s'agit des seuls résultats dont on dispose, il faut répéter l'étude d'alimentation. Il faut analyser les tissus suivants dans une étude d'alimentation lorsqu'ils sont utilisés pour l'alimentation humaine : muscles, matières grasses, foie, et reins dans le cas des bovins. Dans les cas d'utilisation de pesticides sur la peau de la volaille ou des porcs, il faut également analyser la peau. Comme on l'a déjà indiqué dans le cas du lait et des oeufs, il faut analyser trois échantillons distincts de tissus comestibles à chaque dose administrée afin de montrer la variabilité de la concentration des résidus chez des animaux différents. Dans le cas des bovins, cela signifie généralement qu'il faut prélever un échantillon par animal étant donné que chaque dose est habituellement administrée à trois vaches. Dans le cas de la volaille, les échantillons de tissus provenant de 3 ou 4 oiseaux peuvent être regroupés pour obtenir les trois échantillons « distincts » pour chaque groupe de traitement. Lorsqu'on n'observe pas de résidus mesurables d'un pesticide dans un tissu à la dose la plus élevée, il n'est pas nécessaire d'effectuer des analyses dans ce tissu aux doses plus faibles.

v) Traitement dermique des animaux d'élevage. Les animaux doivent être sacrifiés à l'intérieur du délai d'abattage prescrit sur l'étiquette du produit. Toutefois, l'ARLA considère que des délais supérieurs à 3 jours ne sont pas pratiques dans la plupart des cas. Comme on a observé que les résidus risquent de ne pas avoir atteint leur concentration maximale dans les tissus avant une semaine environ après le traitement, il faut obtenir des données correspondant à des délais d'abattage plus longs de façon à établir la valeur maximale de la LMR.

vi) Les constituants du résidu à analyser dans les tissus, le lait et les oeufs doivent être ceux associés au RP dans les produits animaux, selon l'étude métabolique chez les animaux d'élevage décrite à la section 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux*

d'élevage. La méthode d'analyse doit être décrite en détail ou la référence doit en être indiquée. Des échantillons enrichis doivent être analysés en même temps que ceux de l'étude d'alimentation de façon à valider la méthode. La limite de détermination requise dans les produits animaux est fonction de la toxicité du composé, mais elle est en général de l'ordre de 0,01 à 0,05 ppm ou moins. Les exigences relatives aux méthodes d'analyse sont décrites en détail dans la section 3, *Méthode d'analyse des résidus*.

8.4.5 *Données sur la stabilité durant l'entreposage*

Il faut fournir des données appropriées sur la stabilité durant l'entreposage de produits représentatifs des animaux d'élevage, comme il est indiqué à la section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage*.

8.4.6 *Exemption en rapport avec les études d'alimentation chez les animaux d'élevage*

Lorsque de faibles quantités de résidus sont présentes dans les aliments pour animaux, les demandeurs doivent se référer à la section 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage* (voir sous-alinéas 2.5ix;xi), par rapport à la possibilité d'une exemption d'effectuer des études d'alimentation habituelles chez les animaux d'élevage. Dans certains cas, l'étude métabolique chez les animaux d'élevage indiquera qu'il n'est pas nécessaire d'effectuer une étude d'alimentation et d'obtenir des LMR dans la viande et le lait.

8.5 Méthode proposée pour calculer l'exposition des animaux d'élevage par l'alimentation

Les proportions d'aliments indiquées pour les ruminants (c.-à-d. les bovins de boucherie et laitiers) dans le tableau I sont exprimées sur la base des MS, alors que les concentrations de résidus dans ces aliments sont calculées sur la base de l'aliment ingéré tel quel. Les proportions pour les ruminants dans le « Guide For Estimating Toxic Residues in Animal Feeds or Diets » (Guide Harris (voir référence 2) de la présente section) et le « Update of Livestock Feed Consumption » (Animal Nutritrion Inc., 1993 [identifié dans le présent document comme étant le rapport ANI]) sont également exprimées sur la base des MS. Par conséquent, pour calculer correctement l'exposition des ruminants par l'alimentation, il faut transformer le poids des aliments dans le régime sur la base des MS (voir référence 3).

Les proportions des aliments dans le régime de la volaille et des porcs dans le Guide Harris et dans le tableau II des lignes directrices précédentes sont également exprimées sur la base des MS. Toutefois, les chiffres pour la volaille et les porcs dans le nouveau tableau I de la présente section et dans le Rapport ANI sont exprimés sur la base de l'aliment ingéré tel quel, étant donné que presque tous les aliments pour la volaille et les porcs sont secs. Par conséquent, le calcul de l'exposition par l'alimentation dans le cas de

la volaille et des porcs à l'aide du nouveau tableau I n'exige pas une conversion du poids des aliments sur la base des MS.

Le calcul de l'exposition par l'alimentation doit également tenir compte de la situation où l'aliment sur lequel on retrouve des résidus d'un composé chimique donné ne constitue pas le régime complet de l'animal. Par exemple, le pesticide A présente des résidus sur le foin de luzerne (70 % de l'alimentation des bovins de boucherie) et la farine de luzerne (25 %), mais sur aucun autre aliment du régime. Dans ce cas, on ne dispose pas d'information sur les aliments qui pourrait servir à compléter le régime de l'animal. Si ces autres aliments sont offerts sous forme humide, les résidus qui pourraient s'y trouver seront davantage dilués que s'ils étaient fournis sous forme sèche. Il pourrait donc en résulter des erreurs dans l'estimation de l'exposition de l'animal par l'alimentation.

On peut toutefois éviter ces problèmes en calculant l'exposition à partir du poids (et non pas de la concentration) du pesticide consommé par l'animal, et en comparant cette quantité avec la quantité d'aliment consommée habituellement par l'animal. Cette approche permet d'obtenir l'équation suivante, l'équation A.

Dans le cas des ruminants, où les proportions d'aliment sont exprimées sur la base des MS, l'équation A servirait à calculer l'exposition totale par l'alimentation.

$$\left(\begin{matrix}exposition\ par \\ l'alimentation\end{matrix}\ [MS]\right)\ (ppm) = \sum_i \frac{(\%\,régime\ [MS])_i}{(\%\,MS)_i} \times (tolérance)_i \left(\frac{mg}{kg}\right) \qquad \textbf{(A)}$$

où i = type de produit

(exposition par l'alimentation [MS]) (ppm) = calcul de l'exposition totale à un pesticide par les aliments sur la base des MS, exprimée en ppm (mg de pesticide par kg d'aliment).

$(\%\text{régime [MS]})_i$ = pourcentage de l'aliment i dans le régime de l'animal exprimé sur la base des MS.

$(\%[\text{MS}])_i$ = pourcentage de MS dans l'aliment i.

$(\text{résidu})_i$ (mg/kg) = teneur maximale de l'aliment en résidu i exprimée en mg/kg (parties par million, ppm).

L'exposition par l'alimentation ainsi calculée est donc sur la base des MS. Par conséquent, dans les études d'alimentation et les études métaboliques réalisées chez les ruminants présentées à l'ARLA, les doses ingérées doivent être calculées sur la base des MS. Dans le cas des études d'alimentation dans lesquelles le pesticide a été administré dans des capsules, le demandeur doit mentionner les aliments entrant dans la composition

du régime et la dose ingérée par chaque animal de façon à pouvoir calculer l'exposition par l'alimentation sur la base des MS.

Les proportions des aliments de la volaille et des porcs dans le tableau I sont exprimées sur la base des aliments ingérés tels quels. Dans ce cas, aucune correction ne doit être apportée pour la teneur en eau; l'exposition par l'alimentation chez la volaille et les porcs sera simplement calculée à l'aide de l'équation B :

$$\left(\begin{array}{c}exposition\ par\\ l'alimentation\end{array}\right)\ (ppm) = \sum_{i}\ (\%\,régime)_i\ x\ (résidu)_i \left(\frac{mg}{kg}\right) \qquad \textbf{(B)}$$

L'exposition par l'alimentation dans ce cas sera exprimée sur la base de l'aliment ingéré tel quel.

Les exemples de calcul suivants à l'aide des équations A et B montrent comment les corrections sur la base des MS peuvent modifier l'exposition par l'alimentation calculée.

Scénario 1. Tous les aliments du régime choisi présentent des résidus et tous les aliments ont une faible teneur en eau.

Par exemple, considérons l'exposition de bovins de boucherie au pesticide B dont le régime comprend les aliments suivants (pourcentages provenant du tableau 1). On calcule l'exposition par l'alimentation avec et sans correction pour la teneur en eau en utilisant les aliments choisis dans le régime alimentaire des animaux dont la teneur en eau est relativement faible.

grains de maïs	80 % du régime	88 % MS	0,1 ppm de résidu
fourrage sec de maïs	20 % du régime	83 % MS	10,0 ppm de résidu

Le calcul de l'exposition à l'aide de l'équation B (c.-à-d. sans conversion sur la base des MS) donnerait le résultat suivant :

$$(0{,}80)\ x\ (0{,}1\ ppm)\ +\ (0{,}20)\ x\ (10{,}0\ ppm) = 2{,}1\ ppm$$

Lorsqu'on corrige pour la teneur en eau, on obtient une différence de 0,4 ppm à l'aide de l'équation A :

$$\frac{(0{,}80)}{(0{,}88)}\ x\ (0{,}1\ ppm)\ +\ \frac{(0{,}20)}{(0{,}83)}\ x\ (10{,}0\ ppm) = 2{,}5\ ppm$$

Scénario 2. Tous les aliments dans le régime choisi présentent des résidus et tous ou certains d'entre eux ont une teneur élevée en eau.

Lorsque des aliments humides sont ajoutés au régime (fourrages p. ex.), on peut observer des erreurs importantes dans le calcul de l'exposition par l'alimentation chez les ruminants si les calculs ne sont pas corrigés en fonction de la teneur en eau. Par exemple, si on remplace le fourrage sec de maïs par du fourrage humide de maïs dans le régime ci-dessus,

fourrage humide de maïs	20 % du régime	25 % MS	10,0 ppm de résidu

sans apporter de correction pour la teneur en eau, on obtiendrait la même valeur de 2,1 ppm pour l'exposition par l'alimentation à l'aide de l'équation B. Toutefois, en corrigeant pour la teneur en eau, on obtiendrait l'exposition par l'alimentation suivante à l'aide de l'équation A :

$$\frac{(0,80)}{(0,88)} \; x \; (0,1 \; ppm) \quad + \quad \frac{(0,20)}{(0,25)} \; x \; (10,0 \; ppm) \; = \; 8,1 \; ppm$$

Ainsi, en utilisant uniquement l'équation B, on sous-estime sérieusement l'exposition par l'alimentation chez les bovins de boucherie.

Scénario 3. Certains aliments de la ration ne présentent pas de résidus.

On peut observer une sous-estimation semblable de l'exposition d'un animal par l'alimentation lorsque les aliments étudiés ne constituent pas un régime complet. Si l'on utilise l'exemple du pesticide A dans le cas des bovins de boucherie,

fourrage de luzerne	50 % du régime	35 % MS	2,0 ppm de résidu
foin de luzerne	25 % du régime	89 % MS	8,0 ppm de résidu

l'exposition par l'alimentation, calculée à l'aide de l'équation B sans conversion sur la base des MS, est la suivante :

$$(0,50) \; x \; (2,0 \; ppm) \quad + \quad (0,25) \; x \; (8,0 \; ppm) \; = \; 3,0 \; ppm$$

À l'aide de l'équation A, on obtiendrait l'exposition par l'alimentation suivante :

$$\frac{(0,50)}{(0,35)} \times (2,0\ ppm) + \frac{(0,25)}{(0,89)} X\ (8,0\ ppm) = 5,1\ ppm$$

Cette dernière valeur représente le pire cas; l'exposition ne peut donc pas être supérieure à 5,1 ppm.

8.6 Présentation des données

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

On suggère la présentation suivante pour le rapport :

8.6.1 Page de couverture

Page titre et documentation additionnelle requise (données à présenter et déclarations en matière de non divulgation de données confidentielles) au besoin dans le rapport doivent précéder le contenu de l'étude qui suit.

8.6.2 Table des matières

La table des matières doit renfermer les numéros de page correspondant aux éléments essentiels de l'étude, notamment : Introduction et Résumé, Matériel, Méthodes, Résultats et Discussion, Conclusions, Tableaux/Figures (diagrammes, etc.), Certification, Références, Appendices. Les exigences concernant chacune de ces sections suivent.

8.6.3 Introduction et sommaire

i) Cette section doit donner le contexte et les antécédents de l'étude, par exemple :

   A) Antécédents d'homologation;

   B) Utilisation proposée du pesticide;

   C) Objet de l'étude;

   D) Résumé des résultats.

ii) Le résumé de l'expérience doit comprendre :

   A) Un examen des problèmes inhabituels et de la façon dont ils ont été résolus.

B) Un examen de tout écart du protocole de l'expérience et de l'effet que cela pourrait avoir sur les résultats.

C) Une brève description des résultats de l'étude concernant :

1) le transfert éventuel des résidus;

2) l'accumulation préférentielle dans certains organes;

3) les concentrations maximales de résidus;

4) le moment où la concentration de résidus a atteint un plateau.

iii) Une comparaison des résultats obtenus à ceux des études métaboliques chez le même animal serait également utile.

8.6.4 Matériel

i) Substance d'essai

A) La matière active du pesticide et (ou) les métabolites qui sont introduits dans l'alimentation doivent être identifiés par :

1) le nom chimique;

2) le nom commun (ANSI, BSI, ISO);

3) le nom/numéro donné par l'entreprise;

4) le nom UICPA et le nom du Chemical Abstracts Service (CAS) ainsi que le numéro CAS.

B) Il faut préciser la source et la pureté de chaque composé.

C) Il est également souhaitable de présenter la structure chimique de ces composés.

D) La raison invoquée pour administrer des composés autres que le pesticide initial.

ii) Installations de l'essai

A) Il faut indiquer comment les animaux sont logés. Les facteurs à considérer sont les suivants :

1) taille des enclos;

2) logement individuel ou collectif;

3) contenants pour les aliments et l'eau;

4) température;

5) éclairage;

6) manutention des déchets.

iii) Animaux de l'essai

A) Description des animaux

1) espèce;

2) race;

3) âge;

4) poids;

5) état de santé;

6) sexe.

B) Préciser le nombre d'animaux par dose ingérée.

C) Indiquer le mode d'identification (p. ex. étiquettes d'oreille).

D) Indiquer le poids corporel et la production d'oeufs/de lait pendant les périodes d'acclimatation et de traitement.

E) Il faut signaler tout problème de santé, comportement anormal ou traitement inhabituel chez les animaux et débattre de leurs effets sur les résultats de l'étude.

iv) Aliments

A) Il faut décrire le régime de l'animal pendant les périodes d'acclimatation et de traitement, en indiquant :

1) les types d'aliments (p. ex. grains de maïs, pâtée-pondeuses, luzerne granulée) et les liquides;

2) les quantités fournies (c.-à-d. en quantités précises ou *ad libitum*).

B) le taux de consommation des aliments (MS) par animal ou par groupe de traitement pendant toute l'étude.

8.6.5 Méthodes

i) Traitement

A) Il faut décrire comment la dose est administrée (mélange avec l'aliment ou ration concentrée, capsule de gélatine, bolus, etc.) Il faut indiquer la concentration du composé d'essai dans la ration totale en mg par kg d'aliment (sur la base des MS). Les doses recommandées sont 1X, 3X et 10X l'apport alimentaire prévu à partir de l'usage proposé du pesticide. Il faut expliquer les calculs utilisés pour déterminer l'exposition par l'alimentation à partir du tableau I et de la méthode indiquée à l'alinéa 8.5 de la présente section. Le demandeur doit examiner les utilisations futures éventuelles du pesticide dans la détermination de la dose à administrer. On peut administrer des doses autres que 1X, 3X et 10X, auquel cas il faut en donner les motifs.

B) Il faut préciser la date de la préparation de la dose et indiquer les conditions d'entreposage avant son administration.

C) Il faut décrire brièvement la méthode utilisée pour analyser les aliments enrichis et les résultats de ces analyses. Ces analyses doivent montrer que le pesticide est stable dans l'aliment ou le véhicule d'administration choisi durant toute la période d'entreposage.

D) Il faut indiquer la fréquence d'administration lorsque le composé à l'essai n'est pas incorporé à la ration totale ou à un aliment.

E) Il faut indiquer les dates correspondant à l'administration de la première et de la dernière dose (ou la durée totale du traitement).

ii) Prélèvement des échantillons

A) Il faut décrire comment les échantillons de lait et d'oeufs sont prélevés, en indiquant, le cas échéant, tout écart par rapport à la pratique normale. Il faut indiquer quand des échantillons ont été regroupés, mais le lait d'animaux à l'intérieur d'un même groupe de traitement ne doit pas être regroupé. Il est acceptable de regrouper le lait des traites du matin et du soir d'une même vache proportionnellement à la production.

B) Il faut indiquer les dates correspondant au prélèvement des échantillons qui font l'objet d'une analyse du RP.

C) Il faut préciser le mode de sacrifice et l'intervalle en heures entre l'administration de la dernière dose et le sacrifice. Il faut donner les motifs d'un intervalle plus long que 24 heures et en discuter les effets sur les résidus.

D) Il faut indiquer quels tissus ont été prélevés lors du sacrifice (p. ex. muscle de la cuisse, graisse épiploïque, etc.) et leurs poids. Il faut indiquer quand des échantillons provenant d'animaux différents ont été regroupés (acceptable habituellement pour la volaille, mais non pour les ruminants).

iii) Manipulation et stabilité de l'échantillon durant l'entreposage

A) Il faut décrire comment les échantillons de tissus, d'oeufs et de lait sont entreposés et manipulés entre le moment du prélèvement et l'analyse. Les facteurs à considérer sont les suivants :

1) préparation de l'échantillon (p. ex. hachage) avant l'entreposage;

2) contenants utilisés;

3) délais entre le prélèvement et l'entreposage de l'échantillon;

4) température d'entreposage;

5) durée d'entreposage (dates de prélèvement, d'expédition, d'analyse, etc.);

6) mode d'expédition, le cas échéant.

B) Il faut présenter des données indiquant que l'entreposage n'a pas influencé les résultats de l'étude. On procède de préférence en introduisant des quantités connues du composé d'essai dans des échantillons témoins (enrichissement) et en les entreposant en même temps et dans les mêmes conditions que les échantillons provenant des animaux traités. Pour plus de détails, se référer à la

section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage*. Si cette information est fournie dans une autre section du dossier de données, on peut en donner la référence.

iv) Analyse des échantillons

A) Il faut décrire en détail la méthode d'analyse utilisée pour mesurer les résidus et indiquer quelles espèces chimiques ont été mesurées (pesticide initial, métabolites). Lorsque la méthode a été présentée dans un rapport distinct du dossier de données (comme c'est souvent le cas), on peut simplement en donner la référence. Se référer à la section 3, *Méthode d'analyse des résidus*, pour plus de détails sur la façon de décrire la méthodologie.

B) Il faut effectuer des essais de récupération en même temps que les analyses de résidus de manière à valider la méthode et à établir sa sensibilité (plus faible limite de détermination fiable). Il faut indiquer le protocole des ces essais de validation, notamment :

1) les composés à l'essai et les substrats (tissus, lait, oeufs);

2) les concentrations d'enrichissement;

3) le nombre de répétitions par composé à l'essai par concentration; etc.

C) Il faut indiquer les dates d'enrichissement, d'extraction et d'analyse des extraits. Si les extraits ne sont pas analysés le jour même de leur préparation, il faut indiquer les conditions d'entreposage.

D) Les données brutes, telles le poids des échantillons, le volume final des extraits et la hauteur/surface des pics, doivent être fournies dans le cas des échantillons témoins, des échantillons enrichis (y compris ceux utilisés pour déterminer la stabilité durant l'entreposage) et des échantillons traités, de manière à appuyer les concentrations de résidus mesurées et les données de récupération. Il faut également présenter des courbes d'étalonnage.

E) Il faut fournir des chromatogrammes représentatifs dans le cas des échantillons témoins, des échantillons enrichis et des échantillons traités pour chaque matrice (lait, oeufs, chaque tissu comestible, etc.) ainsi que quelques exemples de calcul des concentrations de résidus et du pourcentage de récupération à l'aide des données brutes.

8.6.6 *Résultats et discussion*

i) Il faut signaler les pourcentages de récupération (toutes les valeurs, non seulement des moyennes ou des fourchettes) du pesticide ou de ses métabolites dans les tissus, le lait et les oeufs enrichis avec ces composés.

ii) Il faut présenter des données de stabilité durant l'entreposage montrant le comportement des résidus en fonction du temps dans les tissus, le lait et les oeufs, ou renvoyer à des données présentées ailleurs. Il faut préciser la durée et la température d'entreposage de ces échantillons.

iii) Il faut signaler les concentrations du RP dans chaque tissu, à chaque dose ingérée, ainsi que dans les échantillons témoins (non traités). Les tissus recommandés pour l'analyse sont les muscles, les matières grasses, le foie et les reins (ces derniers ne sont pas requis dans le cas de la volaille). Il faut présenter les valeurs individuelles pour tous les échantillons (non seulement des moyennes ou des fourchettes). Il faut indiquer clairement si les concentrations de résidus ont été corrigées en fonction du taux de récupération. Lorsque le pesticide initial et ses métabolites sont mesurés séparément, il faut présenter les concentrations des résidus de chacun.

iv) Il faut présenter les concentrations de résidus dans le lait et les oeufs pour chaque dose ingérée, ainsi que les valeurs témoins et les dates de prélèvement des échantillons. Comme pour les concentrations de résidus dans les tissus, il faut présenter les valeurs pour chaque échantillon (non pas seulement des moyennes ou des fourchettes).

v) Il faut préciser si les données indiquent que les résidus du pesticide sont transférés dans les tissus, le lait et les oeufs. Le cas échéant, il faut indiquer quand les plateaux ont été observés dans le lait et les oeufs. Il faut préciser si les résidus s'accumulent de préférence dans certains tissus et si les résultats concordent avec les études métaboliques de pesticides radiomarqués.

8.6.7 *Conclusions*

Il faut pouvoir indiquer si les résidus du pesticide sont transférés des aliments à la viande, au lait, à la volaille et aux oeufs. Si c'est le cas, il faut indiquer l'ampleur de ce transfert. Ces résultats peuvent être résumés dans un tableau présentant les fourchettes ou les concentrations maximales de résidus dans chaque type d'échantillon et à chaque dose ingérée. Ce tableau pourra ensuite servir à déterminer les concentrations appropriées de résidus chaque fois qu'un nouvel aliment sera homologué.

8.6.8 *Tableaux et figures*

Nota : On présentera dans cette section les tableaux et figures non présentés dans les sections 4 à 7.

i) Les données suivantes doivent être présentées sous forme de tableau :

A) Les statistiques de base sur les animaux d'essai durant l'étude, notamment le poids corporel, la production d'oeufs ou de lait et la consommation d'aliments.

B) Les dates de prélèvement, d'enrichissement, d'extraction et d'analyse des échantillons.

C) Les données brutes, telles les courbes étalons, le poids des échantillons, le volume final des extraits, le volume des aliquotes injectées, de même que la hauteur ou la surface des pics pour tous les échantillons témoins, enrichis (y compris ceux utilisés pour déterminer la stabilité durant l'entreposage) et traités.

D) Les taux de récupération du composé initial et (ou) de ses métabolites dans les tissus, le lait et les oeufs.

E) La concentration des résidus du pesticide initial et (ou) de ses métabolites dans les échantillons servant à déterminer la stabilité durant l'entreposage en fonction du temps.

F) La concentration du RP dans les tissus, le lait et les oeufs chez les animaux traités et non traités (témoins).

ii) Les données suivantes doivent être présentées sous forme de figure :

A) La structure et le nom des composés qui sont administrés aux animaux d'essai et de ceux qui sont mesurés dans les tissus, le lait et les oeufs.

B) La reproduction de chromatogrammes représentatifs (gaz-liquide, liquide à haute performance, couche mince, etc.) pour les échantillons témoins, enrichis et traités et toutes les autres données graphiques (p. ex. spectres de masse, courbes d'étalonnage, graphiques de la concentration des résidus dans les oeufs ou le lait en fonction du temps, graphiques de la concentration des résidus en fonction du temps dans les échantillons utilisés pour déterminer la stabilité durant l'entreposage, etc.) essentielles dans le cadre de l'étude.

8.6.9 Certification

Certification d'authenticité par le directeur de l'étude (dont la signature et, en caractères d'imprimerie, le nom, le titre, l'affiliation, l'adresse, le numéro de téléphone et la date).

8.6.10 Références

Toutes les références citées dans le rapport doivent être énumérées dans cette section.

8.6.11 Annexes

Le demandeur pourra inclure dans cette section des rapports publiés appuyant l'étude présentée si, à son avis, cela aura pour effet d'en faciliter l'examen par l'Agence.

8.7 Références

1. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

2. Harris, L., *Guide for Estimating Toxic Residues in Animal Feeds or Diets*, 1975.

3. *Update of Livestock Feed Consumption*, Animal Nutirition, Inc., 1993.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

Annexe A

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

TABLEAU I

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS

ET

ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DE PLANTES DE GRANDE CULTURE

Dans le tableau 1, une fraction ou un espace blanc non identifié dans la colonne des produits transformés, des aliments pour les animaux ou du pourcentage de la ration des animaux, pour une culture spécifique, n'indique pas que ces fractions ne sont pas dérivées de cette culture, ou qu'elles ne sont pas utilisées comme nourriture pour les humains et les animaux. L'Agence pourrait mettre à jour le tableau en fonction des résultats obtenus des évaluations continues d'autres fractions d'aliments pour les humains et les animaux.

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Luzerne (4)	fourrage foin semences (5)		fourrage	35	70	60	NU(6)	NU
			foin	89	70	60	NU	NU
			farine (7)	89	25	50	10	10
			ensilage (8)	40	70	60	NU	NU
Amande	amande coques		coques	90	10	10	NU	NU
Pomme	fruit	marc de pomme (humide) jus	marc de pomme (humide)	40	40	20	NU	NU
Abricot	fruit (9)							
Artichaut	capitule							
Asperge	pointes (tiges)							
Avocat	fruit (9)							
Banane (10)	fruit entier							
Orge (11)	grain (12) foin paille	orge perlé farine son	grain (12)	88	50	40	75	80
			foin	88	25	60	NU	NU
			paille	89	10	10	NU	NU
Haricot (13)	haricot, graines vertes							
Betterave potagère	racine fanes							
Betterave à sucre	racine fanes	sucre raffiné (14) pulpe séchée mélasse	fanes	23	20	10	NU	NU
			pulpe séchée	88	20	20	NU	NU
			mélasse	75	10	10	NU	NU
Mûres (15)	baie							
Bleuet	baie							
Brocoli	capitule et tige							
Choux de Bruxelles	feuilles							
Sarrasin	grain (16)	farine						

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Choux	frais, avec feuilles extérieures (17)							
Fève de cacao	fève	fève grillée poudre de cacao chocolat						
Canola	graine	tourteau huile raffinée	tourteau	88	15	15	15	15
Graine de caroube	graine							
Carotte	racine		rebut (18)	12	25	25	NU	10
Choux-fleur	capitule et tige							
Céleri	feuilles non parées pétiole							
Cerise	fruit (9)							
Cerise aigre	fruit (9)							
Chicorée	racine feuilles							
Agrumes	fruit entier	pulpe séchée huile jus	pulpe séchée	91	25	20	NU	NU
Trèfle (19)	fourrage foin		fourrage	30	30	60	NU	NU
			foin	89	30	60	NU	NU
			ensilage (20)	30	30	60	NU	NU
Noix de coco	noix de coco (chair et liquide combinées)	coprah (chair déshydratée) huile						
Café (21)	grain vert	grain torréfié soluble						
Chou cavalier	feuilles							

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Maïs fourrager	fécule (22) fourrage vert (23) fourrage sec (24) gruau farine fractions de grain aspirées (25)	mouture humide : huile raffinée mouture sèche : tourteau huile raffinée	grain	88	80	40	80	80
			fourrage vert (23)	40	40	50	NU	NU
			fourrage sec (24)	83	25	15	NU	NU
			fractions de grain aspirées (25)	85	20	20	NU	20
			sousproduits moulus (26)	85	50	25	60	75
Maïs à éclater	grain fourrage sec (24)		grain	88	80	40	80	80
			fourrage sec (24)	85	25	15	NU	NU
Maïs sucré (27)	maïs sucré (G+EDS) (28) fourrage vert (29) fourrage sec (24)		fourrage vert (29)	48	40	50	NU	NU
			fourrage sec (24)	83	25	15	NU	NU
			résidus de conserverie (30)	30	35	20	NU	NU
Coton	graine non délintée sousproduits de l'égrenage (31)	tourteau enveloppes huile raffinée	graine non délintée	88	25	25	NU	NU
			sous-produits de l'égrenage (31)	90	20	20	NU	NU
			tourteau	89	15	15	20	15
			enveloppes	90	20	15	NU	NU
Pois à vache (32)	graine foin fourrage		graine	88	20	20	10	50
			foin	86	40	40	NU	NU
			fourrage	30	40	40	NU	15
Pommette	fruit							
Airelle rouge	baie							
Coronille bigarrée (33)	fourrage foin		fourrage	30	20	60	NU	NU
			foin	90	20	60	NU	NU

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Concombre	fruit							
Gadelle	fruit							
Datte	fruit séché (9)							
Ronce	baie							
Aubergine	fruit							
Baie de sureau	baie							
Scarole	feuilles							
Figue	fruit	séchée						
Lin	graine	farine	farine	88	10	10	30	10
Ail	bulbe							
Ginseng	racine séchée							
Groseille	baie							
Raisin frais	fruit	raisin frais jus						
Graminées (pâturage) (34)	fourrage foin		fourrage	25	60	60	NU	NU
			foin	88	60	60	NU	NU
			ensilage (35)	40	60	60	NU	NU
Herbes (36)	fraîches	séchées						
Houblon	Cônes de houblon séchés (37)							
Raifort	racine							
Gaylussacia	baie							
Topinambour	tubercule							
Chou frisé	feuilles							
Kiwi	fruit							
Chou-rave	Tige bulbeuse et feuilles							
Kumquat	fruit							
Poireau	Plant entier							

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Lentilles	graines							
Lespédéza du Japon (38)	fourrage foin		fourrage	22	20	60	NU	NU
			foin	88	20	60	NU	NU
Laitue pommée	fraîche avec les feuilles extérieures (39)							
Laitue, feuilles	feuilles (40)							
Mûre de Logan	baie							
Lupin	graine		graine	88	20	20	15	20
Mangue	fruit (9)							
Millet commun (41)	graine (42) fourrage foin paille (43)	farine (44)	graine (42)	88	50	40	70	75
			fourrage	30	25	60	NU	NU
			foin	85	25	60	NU	NU
			paille (43)	90	10	10	NU	NU
Haricot mungo	haricot germes de haricot (45)							
Champignons	Chapeau et tige							
Melon brodé (46)	fruit							
Moutarde, feuilles	feuilles							
Nectarine	fruit (9)							
Noix (47)	amande							
Avoine (48)	grain (12) fourrage foin paille	farine gruau/flocons d'avoine	grain (12)	89	50	40	80	80
			fourrage	30	25	60	NU	NU
			foin	90	25	60	NU	NU
			paille	90	10	10	NU	NU
Okra	fruit (gousses)							
Olives	fruit (9)	huile						

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Oignon, bulbe	bulbe							
Oignon vert	Plant entier avec ou sans les racines							
Papaye	fruit							
Persil (49)	feuilles fraîches	séché						
Panais	racine							
Fruit de la passion	fruit							
Papaye	fruit							
Pois (50)	pois vert (51) sec (52)							
Pois de grande culture (53)	graine tiges foin		graine	90	20	20	20	20
			tiges	25	25	50	NU	NU
			foin	88	25	50	NU	NU
			ensilage (54)	40	25	50	NU	NU
Pêche	fruit (9)							
Arachide	Graine sans coque foin (55)	farine huile raffinée	farine	85	15	15	25	15
			foin (55) (R) (56)	85	25	50	NU	NU
Poire	fruit							
Piments doux et forts (57)	fruit							
Menthe poivrée	feuilles et tiges	huile						
Pimento dioica (58)	fruit							
Ananas	fruit	résidus de transformation (59) juice	résidus de transformation (59)	25	30	20	NU	NU
Plantain (60)	fruit entier							
Prune	fruit (9)	pruneau						

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Pomme de terre	tubercule	granules/flocons (61) chips pelure humide	pommes de terre de rebut	20	75	40	NU	50
			résidus de la transformation de la pomme de terre (62)	15	75	40	NU	NU
Potiron	fruit							
Coing	fruit							
Radicchio (chicorée italienne)	feuilles fraîches							
Radis	racine feuilles							
Colza	graine fourrage	tourteau (63)	tourteau	88	15	15	15	15
			fourrage	30	30	30	NU	NU
Colza, feuilles (64)	feuilles							
Framboises, noires et rouges	baie							
Rhubarbe	pétioles							
Riz (65)	grain (12) paille	riz poli enveloppes son	grain (12)	88	40	40	60	65
			paille	90	10	10	NU	NU
			enveloppes	90	10	10	15	NU
			son	90	15	15	25	15
Rutabaga	racine							
Seigle (66)	graine (67) fourrage paille	farine son	graine (67)	88	40	40	50	50
			fourrage	30	25	60	NU	NU
			paille	88	10	10	NU	NU
Carthame	graine	tourteau huile raffinée	tourteau	91	10	15	25	25
Salsifis								

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE								
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Sésame	semence	huile						
Échalote	bulbe							
Sorgho, grain	grain fourrage vert (23) fourrage sec (24) fractions de grain aspirées (25)	farine (68)	grain	86	40	40	80	90
			fourrage vert (23)	35	40	50	NU	NU
			fourrage sec (24)	88	25	15	NU	NU
			fractions de grain aspirées (25)	85	20	20	NU	20
Sorgho doux (69)	tige	sirop						
Sorgho herbacé	(Voir Graminées)							
Soja (70)	graine fourrage foin fractions de grains aspirées (25)	tourteau enveloppes huile raffinée	graine	89	15	15	20	25
			fourrage (R) (56)	35	30	30	NU	NU
			foin (R) (56)	85	30	30	NU	NU
			fractions de grain aspirées (25)	85	20	20	NU	20
			tourteau	92	15	15	40	25
			enveloppes	90	20	20	20	NU
			ensilage (71)	30	30	30	NU	NU
Menthe verte	feuilles et tiges	huile						
Épices (72)	fraîches	séchées						
Épinard	feuilles							
Courges	fruit							
Fraise	baie							
Canne à sucre (73)	canne	mélasse (74) sucre raffiné (14)	mélasse (74)	75	10	10	NU	NU
Tournesol	graine	tourteau huile raffinée	tourteau	92	15	15	30	20

PRODUITS AGRICOLES BRUTS ET TRANSFORMÉS ET ALIMENTS DES ANIMAUX D'ÉLEVAGE DÉRIVÉS DES PLANTES DE GRANDE CULTURE									
CULTURE	PAB	PRODUIT TRANSFORMÉ	ALIMENT		POURCENTAGE DE LA RATION DES ANIMAUX (1,2)			
			MATIÈRE	% MS (3)	BOVINS DE BOUCHERIE	BOVINS LAITIERS	VOLAILLE	PORCS
Patate douce	racine							
Bette	pétioles							
Taro	cormus feuillage							
Thé (75)	feuilles cueillies	séché soluble						
Tomate	fruit	pâte (76) purée						
Lotier (77)	fourrage foin		fourrage	30	20	60	NU	10
			foin	85	20	60	NU	NU
Navet	racine feuilles		racine	15	75	20	NU	40
			feuilles	30	50	30	NU	NU
Vesce (78)	fourrage foin		fourrage	30	20	60	NU	NU
			foin	85	20	60	NU	NU
Cresson	feuilles et tiges							
Melon d'eau	fruit							
Blé (79) (80)	grain (67) fourrage foin paille fractions de grain aspirées (25)	son farine finots remoulages germe	grain (67)	89	50	40	80	80
			fourrage	25	25	60	NU	NU
			foin	88	25	60	NU	NU
			paille	88	10	10	NU	NU
			fractions de grain aspirées (25)	85	20	20	NU	NU
			sousproduits de mouture (81)	88	40	50	50	50
Yam	tuber							

Les notes du tableau renvoient à ce qui suit :

1) **Pourcentage de la ration des animaux**. On trouvera les pourcentages d'autres produits entrant dans la composition de l'alimentation des animaux dans le rapport complet du 17 mai 1993 (contrat #68DO0107), préparé par Animal Nutrition Inc., Breese (IL), sous la direction technique de Chemistry/Tolerance Support, HED, OPP, OPPTS. On peut obtenir un exemplaire de ce rapport (disponible uniquement en anglais) du National Technical Information Service, 5285 Port Royal Road, Springfield, VA 22161 (#PB94107877).

2) **Pourcentage de la ration des animaux**. Pourcentage maximum sur la base des MS pour les bovins de finition et les vaches laitières et sur la base des aliments ingérés tels quels pour la volaille et les porcs de finition.

3) **% MS (pourcentage de MS)**. Dans le cas des aliments destinés aux bovins de boucherie et aux vaches laitières, il faut indiquer la teneur en eau d'échantillons représentatifs du produit agricole brut et des produits transformés.

4) **Luzerne**. Il faut obtenir des données de résidus provenant d'au moins trois échantillons, à moins que les conditions climatiques réduisent le nombre d'échantillons. Couper l'échantillon entre la fin du bourgeonnement et le début de la floraison (premier échantillon) et (ou) au moment où 10% des bourgeons ont éclos (autres échantillons).

5) **Semences de luzerne**. Dans le cas des utilisations homologuées visant la luzerne cultivée pour les semences, il faut obtenir des données de résidus sur les semences et le foin; dans le cas de toutes les autres utilisations, il faut fournir des données uniquement sur le fourrage et le foin.

6) **NU**. Non utilisé ou constituant mineur (moins de 10% de la ration de l'animal).

7) **Farine de luzerne**. Les données de résidus ne sont pas nécessaires pour la farine; toutefois, la farine doit être incluse dans la ration de l'animal et le niveau de tolérance pour le foin doit être utilisé. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20%.

8) **Ensilage de luzerne**. Les données de résidus pour l'ensilage sont facultatives, mais elles sont utiles pour évaluer l'exposition par l'alimentation. Couper l'échantillon entre la fin du bourgeonnement et le début (dixième) de la floraison, laisser préfaner jusqu'à une teneur en eau d'environ 60%, puis hacher finement, bien tasser et laisser fermenter pendant trois semaines au maximum dans un milieu hermétiquement fermé jusqu'à ce que le pH atteigne 4. Cela s'applique autant à l'ensilage ordinaire qu'à l'ensilage préfané. En l'absence de données sur l'ensilage, on peut utiliser des données sur le fourrage, en corrigeant pour la teneur en MS.

9) **Fruit**. Le fruit doit être analysé une fois enlevés le pédoncule et le noyau.

10) **Banane**. On doit fournir des données de résidus sur le terrain sur des bananes ensachées et non ensachées. Le nombre d'essais sur le terrain requis peut être réparti entre les bananes ensachées et non ensachées. On peut également prélever un échantillon de bananes ensachées et non ensachées de chaque site. Il faut fournir des données sur le produit entier (y compris la pelure après l'élimination du tissu de la couronne et de la tige) afin d'établir les tolérances. Le demandeur peut, à sa discrétion, fournir des données de résidus sur la pulpe uniquement pour l'évaluation du risque lié à l'alimentation.

11) **Foin d'orge**. Couper lorsque le grain est au stade laiteux à pâteux mou. Le foin doit être séché sur le champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20%. **Paille d'orge**. Résidu végétal (tiges séchées avec feuilles) laissé après la moisson du grain (battage).

12) **Grain d'orge, grain d'avoine ou grain de riz**. Amande (caryopse) et enveloppe (lemma et palea).

13) **Haricot**. Voir le groupe de cultures 6 : légumineuses de la section 97.15 de l'U.S. EPA au paragraphe 180.41 du document 40 CFR pour les cultivars de haricot. **Graine de haricot**. Graine sèche utilisée pour la production de haricots secs écossés; graine verte écossée utilisée pour la production de haricots écossés (p.ex. haricots de Lima); graine verte avec gousse pour la production de légumes-gousses (p.ex pois mange-tout). Le pois à vache est la seule espèce de haricot considérée dans l'alimentation des animaux. (Voir pois à vache). Les données de résidus pour le fourrage et le foin ne sont requises que pour le pois à vache.

14) **Betterave à sucre**. On peut fournir des données de résidus pour le sucre brut ou raffiné ou les deux. **Canne à sucre**. On peut fournir les mêmes données de résidus.

15) **Mûres**. Voir le groupe de cultures 13 : Petits fruits, de la section 97.15 de l'U.S. EPA au paragraphe 180.41 du document 40 CFR pour les cultivars de mûres.

16) **Graine de sarrasin**. Graine (akène) et enveloppe.

17) **Choux frais, avec feuilles extérieures.** Pomme de choux entière une fois enlevées les feuilles manifestement fanées ou flétries. On peut fournir également des données de résidus pour les pommes de choux sans les feuilles extérieures, notamment lorsqu'on veut effectuer une évaluation plus précise de l'exposition par l'alimentation.

18) **Carottes de rebut**. Les données pour les produits agricoles bruts comprendront des données de résidus pour les carottes de rebut.

19) **Fourrage de trèfle**. Couper l'échantillon entre le stade 4 à 8 pouces et le stade de préfloraison, à environ 30% de MS. **Foin de trèfle**. Couper entre le stade de floraison précoce et le stade de floraison complète. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20%. Il n'est pas nécessaire de fournir des données de résidus pour les graines de trèfle.

20) **Ensilage de trèfle**. Les données de résidus pour l'ensilage sont facultatives, mais elles sont utiles pour évaluer l'exposition par l'alimentation. Couper l'échantillon entre le stade de floraison précoce et le stade de floraison au 1/4, laisser préfaner jusqu'à une teneur en eau d'environ 60%, puis hacher finement, bien tasser et laisser fermenter pendant 3 semaines au maximum dans un milieu hermétiquement fermé jusqu'à ce que le pH atteigne 4. Cela s'applique autant à l'ensilage ordinaire qu'à l'ensilage préfané. En l'absence de données sur l'ensilage, on pourra utiliser des données sur le fourrage en corrigeant pour la teneur en MS.

21) **Café**. Des données de résidus sont requises pour les grains verts, les grains torréfiés et le café soluble. Les limites maximales de résidus pour les grains torréfiés et le café soluble seront établies en vertu de la Division 15 du FDAR, Tableau II, si les concentrations de résidus dépassent celles des grains verts. Le grain vert est la graine séchée du grain de café.

22) **Fécule de maïs**. Les données de résidus dans l'amidon seront utilisées pour le sirop de maïs. Les demandeurs peuvent également fournir des données sur le sirop pour une évaluation plus précise de l'exposition par l'alimentation.

23) **Fourrage vert de maïs**. Couper l'échantillon (partie aérienne complète de la plante) vers le stade pâteux ferme/denté (apparition du point noir pour le maïs seulement). **Fourrage vert de sorgho**. Couper l'échantillon (partie aérienne complète de la plante) entre le stade pâteux mou et le stade pâteux dur. Les échantillons de fourrage doivent être analysés tels quels, ou après un ensilage de 3 semaines au maximum, qui a atteint pH 5 ou moins, corrigé sur la base des MS.

24) **Fourrage sec de maïs**. Tiges séchées arrivées à maturité débarrassées de l'épi (rafle + grains), renfermant 80 à 85% de MS. **Fourrage sec de sorgho**. Tiges séchées arrivées à maturité débarrassées des grains, renfermant environ 85% de MS.

25) **Fractions de grain aspirées** (auparavant appelées **poussière de grain**). Poussière recueillie dans les silos pour des raisons de salubrité et de protection de l'environnement. Des données de résidus doivent être fournies pour toute utilisation après la récolte de maïs, de sorgho, de soja ou de blé. Pour les utilisations avant la récolte, après le début du stade de reproduction et la formation des épis, des données sont nécessaires à moins que les concentrations de résidus dans le grain soient inférieures à la limite de détermination de la méthode d'analyse. Pour les usages avant la récolte, durant le stade végétatif (avant le début du stade de la reproduction), des données ne seront normalement pas nécessaires à moins que l'étude métabolique chez les plantes ou l'étude de transformation indiquent une concentration de résidus préoccupants dans un tégument extérieur (p.ex. son de blé, pellicules de soja).

26) **Sous-produits de maïs moulus**. Utiliser les données de résidus pour les produits de transformation du maïs moulus à sec présentant les concentrations de résidus les plus élevées, à l'exclusion des huiles.

27) **Maïs sucré**. Les données de résidus dans les échantillons de maïs cultivé prélevés tôt devraient suffire pour le maïs sucré, à condition que les données soient issues du stade laiteux du grain sur l'épi débarrassé de ses spathes, et que le nombre d'essais soit suffisant et que toutes les régions de culture du maïs sucré soient bien représentées.

28) **Maïs sucré (G+EDS)**. Grains sur épi débarrassé de ses spathes.

29) **Fourrage vert de maïs sucré**. Les échantillons doivent être prélevés au moment où le maïs sucré est normalement récolté pour le marché du frais et ils peuvent comprendre ou non les épis. Les demandeurs peuvent analyser des échantillons fraîchement cueillis ou des échantillons ensilés après un ensilage de 3 semaines au maximum qui ont atteint un pH de 5 ou moins, corrigés sur la base des MS.

30) **Résidus de conserverie de maïs sucré**. Comprennent des spathes, des feuilles, des rafles et des grains). Les données de résidus dans le fourrage seront utilisées pour les déchets de conserverie de maïs sucré.

31) **Sous-produits de l'égrenage du coton**. Résidus végétaux provenant de l'égrenage du coton constitués d'enveloppes, de feuilles, de tiges, de fibres, de graines immatures et de sable ou de terre. Le coton doit être récolté mécaniquement (écapsuleuse et cueilleuse mécanique) de façon à obtenir une représentation adéquate des résidus végétaux provenant de l'égrenage. Il faut au moins trois essais sur le terrain pour chaque mode de récolte (écapsuleuse et cueillette), soit six essais sur le terrain en tout.

32) **Fourrage de pois à vache**. Couper le fourrage entre le stade de 6 pouces et le stade de préfloraison, à environ 30% de MS. **Foin de pois à vache**. Couper lorsque les gousses sont au moins à mimaturité. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20%.

33) **Fourrage de coronille bigarrée**. Couper l'échantillon entre le stade de 6 pouces et le stade de préfloraison, à environ 30% de MS. **Foin de coronille bigarrée**. Couper au stade de la floraison complète. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20%.

34) **Graminées**. Il faut présenter des données de résidus pour les cultures au jour zéro, à moins que ce soit impossible (p. ex. pesticides utilisés en présemis ou en prélevée. Il faut prévoir un intervalle raisonnable avant de couper le foin. **Fourrage de graminées**. Couper l'échantillon entre le stade de 6 à 8 pouces et le stade de fin montaison, à environ 25 % de MS. **Foin de graminées**. Couper entre la fin montaison et le début de l'épiaison. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %. Ces graminées comprennent le millet japonais, l'agrostis scabre, le chiendent pied-de-poule, le pâturin des prés, le barbon de Gérard, le brome inerme, l'herbe au bisons, l'alpiste roseau, la digitaire sanguine, le paspalum dilatatum, le sporobole à fleurs cachées, le vulpin des prés, le boutelou gracieux, l'herbe de Guinée, le foin d'odeur, le sorgho d'Alep, l'éragrostis, l'herbe à éléphant, la dantonie, le dactyle pelotonné, le pangola, l'agrostiche blanche, le ray-grass d'Italie, le scolochloa, l'orge agréable, le star grass, le panic raide, la phléole des prés, l'agropyre à crête et l'élyme des sables. Les fourrage de sorgho et de leurs hybrides sont également inclus. Dans le cas des graminées cultivées uniquement pour la semence, les délais d'attente (avant le broutage ou la récolte) sont acceptables. Les données de résidus peuvent être basées sur la repousse après la récolte de la semence.

35) **Ensilage de graminées**. Les données de résidus pour l'ensilage sont facultatives, mais elles sont utiles pour l'évaluation de l'exposition par l'alimentation. Couper l'échantillon entre la fin montaison et le début de l'épiaison, laisser préfaner jusqu'à une teneur en eau de 55 à 65 %, puis hacher finement, bien tasser et laisser fermenter pendant 3 semaines au maximum dans un milieu hermétiquement fermé jusqu'à ce que le pH atteigne 4. En l'absence de données sur l'ensilage, on pourra utiliser celles sur le fourrage après avoir corrigé les valeurs en fonction des MS.

36) **Herbes**. Constituées principalement des feuilles, des tiges et des fleurs commercialisés fraîches ou séchées. Voir le Sous-groupe de cultures 19-A, en vertu de la section 97.15 de l'U.S. EPA au paragraphe 180.41 du document 40 CFR pour l'énumération des herbes.

37) **Cônes de houblon séchés**. En vertu de la PR Notice 93-012 (23 décembre 1993), les cônes de houblon séchés seront considérés comme un produit agricole brut aux fins de la réglementation. Des données de résidus sont exigées uniquement pour les cônes de houblon séchés.

38) **Fourrage de lespédéza du Japon**. Couper l'échantillon entre le stade de 4 à 6 pouces et le stade de préfloraison, lorsque la teneur en MS est de 20 à 25 %. **Foin de lespédéza annuel/coréen**. Couper entre le début et la fin de la floraison. **Sericea**. Couper à 12-15 pouces de hauteur. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %.

39) **Laitue pommée fraîche, avec les feuilles extérieures.** Pomme de laitue complète une fois enlevées les feuilles manifestement fanées ou flétries. On peut fournir également des données de résidus pour les pommes de choux sans les feuilles extérieures, notamment lorsqu'on veut effectuer une évaluation plus précise de l'exposition par l'alimentation.

40) **Laitue, feuilles**. Données de résidus sur des échantillons une fois enlevées les feuilles manifestement fanées ou flétries.

41) **Fourrage de millet**. Couper l'échantillon entre le stade de 10 pouces et le début du gonflement, à environ 30 % de MS. **Foin de millet**. Couper le plus tôt possible au début du gonflement ou lorsque le plant atteint environ 40 pouces. Le foin doit être séché au champ jusqu'à ce que la teneur en eau soit de 10 à 20 %. Le millet comprend le petit mil.

42) **Graine de millet**. Amande et enveloppe (lemma et palea). **Graine de petit mil**. Amande sans l'enveloppe (lemma et palea).

43) **Paille de millet**. Des renseignements sont requis pour le millet commun uniquement. **Paille de millet commun**. Résidus dans le plant (tiges séchées avec les feuilles) une fois les graines récoltées.

44) **Farine de millet**. La farine de millet n'est pas produite en quantité suffisante aux États-Unis pour la consommation humaine. Des données de résidus ne sont pas requises pour le moment.

45) **Haricot mungo**. Les données requises pour les haricots mungo s'appliquent également aux germes, sauf lorsque le pesticide est utilisé sur les germes eux-mêmes.

46) **Melon brodé**. Comprend le cantaloup, le casaba, le crenshaw, etc. Voir le Groupe de cultures 9 : Cucurbitacées dans le document 40 CFR de la section 97.15, Groupes de cultures de l'US EPA, pour les autres cultivars de melon brodé.

47) **Noix**. Comprend le groupe de cultures 14 : Noix, au paragraphe 180.41 du document 40 CFR, sauf les amandes. L'inclusion de la pistache dans le groupe 14 est à l'étude. On pourra se servir des données sur les noix pour appuyer une demande d'utilisation sur la pistache. Voir le Groupe de cultures 14 pour l'énumération des noix. Voir également à amande. Les coques d'amande sont considérées comme un aliment des animaux important, mais les coques des autres noix ne le sont pas.

48) **Fourrage d'avoine**. Couper l'échantillon entre le stade du tallage et le stade de montaison. **Foin d'avoine**. Couper l'échantillon entre le début de la floraison et le stade pâteux mou. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %. **Paille d'avoine**. Résidus dans le plant coupé (tiges séchées avec les feuilles) une fois le grain récolté.

49) **Persil.** Le persil frais est inclus dans le Groupe de cultures 4, Légumes feuilles, au paragraphe 180.41 du document 40 CFR . Le persil séché est inclus dans le Sous-groupe de cultures 19A, Herbes, au paragraphe de la section 97.15, Groupes de cultures, (US EPA-0 CFR 180.41).

50) **Pois**. Des données de résidus sont requises pour le fourrage et le foin de pois à vache. (Voir pois à vache). Les données de résidus sur les tiges et le foin ne sont requises que pour le pois de grande culture (voir Pois de grande culture).

51) **Pois vert**. Pois consommé en vert avec la gousse dans le cas des légumes-gousses (p. ex. pois mange tout); pois vert sans la gousse dans le cas des pois écossés (p. ex. petits pois).

52) **Pois sec**. Graine séchée parvenue à maturité dans le cas des pois secs écossés.

53) **Pois de grande culture**. Ne comprend pas les cultivars de pois de grande culture utilisés pour les conserves dans l'alimentation humaine. Comprend uniquement les cultivars utilisés dans l'alimentation animale. **Tiges de pois de grande culture**. Couper l'échantillon à tout moment après le début de la formation des gousses, à environ 25 % de MS. **Foin de pois de grande culture**. Couper le plant entre le stade de pleine floraison et la formation des gousses. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %.

54) **Ensilage de pois des champs**. Utiliser les données de résidus sur les tiges de pois de grande culture pour l'ensilage de pois de grande culture en corrigeant sur la base des MS.

55) **Foin d'arachide**. Le foin d'arachide est constitué des tiges et des feuilles séchées après la récolte mécanique des graines d'arachide sur les tiges séchées au soleil jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %

56) **(R)** : on peut émettre des restrictions sur l'étiquette concernant l'alimentation des animaux, telles que *Ne pas nourrir les animaux avec des plants immatures verts* ou *Ne pas récolter pour l'alimentation des animaux*.

57) **Piments**. Les piments forts comprennent le poivre de Cayenne.

58) **Pimento dioica**. Nom officiel adopté par la Georgia Pimento Growers Association.

59) **Résidus de la transformation de l'ananas**. Résidus humides provenant du produit frais comprenant les feuilles (sans la couronne), la base, les pelures, des rognures sans la pelure et la pulpe (après expression du jus); peut contenir des ananas de rebut.

60) **Plantain**. Les tolérance pour la banane serviront pour le plantain.

61) **Granules ou flocons de pomme de terre**. On peut fournir des données de résidus pour l'un ou l'autre de ces produits.

62) **Résidus de la transformation de la pomme de terre**. Les tolérances pour la pelure humide doivent être utilisées pour les calculs de l'exposition par l'alimentation. Les données de résidus peuvent provenir de déchets de la transformation de la pomme de terre obtenus par un procédé commercial ou à l'échelle pilote donnant le pourcentage le plus élevé de pelures humides dans les déchets.

63) **Tourteau de colza**. Des données de résidus ne sont pas requises pour l'huile de colza, car elle n'est produite que pour des usages industriels et elle n'est pas comestible. L'huile comestible ne provient que du canola. (Voir canola).

64) **Feuilles de colza**. Produit figurant dans le Groupe de cultures 5 : Légumes feuilles du genre Brassica (crucifères), au paragraphe 180.41 du document 40 CFR.

65) **Paille de riz**. Chaume (base des tiges) laissé après la récolte des grains.

66) **Fourrage de seigle**. Couper l'échantillon entre le stade de 6 à 8 pouces et le stade de la montaison, à environ 30 % de MS. **Paille de seigle**. Couper les résidus de la plante (tiges séchées avec feuilles) laissés après la récolte des graines.

67) **Grain de sègle** ou **grain de blé**. Amande (caryopse) sans l'enveloppe (lemma et palea).

68) **Farine de sorgho**. Des données de résidus ne sont par requises pour le moment pour la farine de sorgho, car cette farine est utilisée exclusivement aux États-Unis dans la fabrication des cloisons sèches et n'est pas utilisée dans l'alimentation humaine ou animale. Toutefois, étant donné que 50 % de la production mondiale de sorgho est destinée à l'alimentation humaine, des données pourraient être requises à une date ultérieure.

69) **Sorgho doux**. Les tolérances pour le grain de sorgho s'appliqueront aux produits de sorgho doux (c.-à-d. les semences et le fourrage).

70) **Fourrage de soja**. Couper les échantillons entre le stade de 6 à 8 pouces (sixième noeud) et le début de la formation des gousses, à environ 35 % de MS. **Foin de soja**. Couper les échantillons entre la mi-floraison et la pleine floraison et avant que les feuilles du bas commencent à tomber ou lorsque les gousses ont atteint environ 50 % de leur développement. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %.

71) **Ensilage de soja**. Les données de résidus pour l'ensilage de soja sont facultatives. Récolter l'échantillon entre la mi-maturité et la pleine maturité des gousses. En l'absence de données pour l'ensilage, les données de résidus pour les fourrages seront utilisése, en corrigeant pour les MS.

72) **Épices**. Comprend les graines aromatiques, les bourgeons, l'écorce, les gousses et les racines consommés et commercialisés principalemnt sous forme séchée. Voir le Sous-groupe de cultures 19-B, au paragraphe 140.41 du document 40 CFR, pour la liste des épices.

73) **Bagasse de canne à sucre**. Les renseignements disponibles indiquent que la bagasse de canne à sucre est principalement utilisée comme combustible. Des données de résidus ne seront pas exigées pour le moment, mais pourraient l'être à une date ultérieure.

74) **Mélasse de canne à sucre**. Des données de résidus sont exigées pour la mélasse épuisée.

75) **Thé**. Des donnnées de résidus sont requises pour les feuilles de thé fraîchement cueillies, le thé séché et le thé soluble.

76) **Pâte de tomate**. Les données de résidus pour la pâte de tomate seront utilisées pour les produits de transformation de la tomate (p. ex. sauce, jus, ketchup), sauf que les données de résidus pour la purée de tomate seront utilisées pour les tomates en conserve.

77) **Fourrage de lotier**. Couper l'échantillon au stade de 5 à 10 pouces ou au début de la floraison, à environ 30 % de MS. **Foin de lotier**. Couper entre le moment de l'apparition de la première fleur et la pleine floraison. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %.

78) **Fourrage de vesce**. Couper l'échantillon entre le stade de 6 pouces et le stade de préfloraison, à environ 30 % de MS. **Foin de vesce**. Couper entre le début de la floraison et le moment où les graines de la partie inférieure du plant ont atteint environ 50 % de leur grosseur. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %. La vesce ne comprend pas la coronille bigarrée.

79) **Fourrage de blé**. Couper l'échantillon entre le stade de 6 à 8 pouces et la montaison, à environ 25 % de MS. **Foin de blé**. Couper les échantillons entre le début de la floraison (fin montaison) et le stade pâteux mou. Le foin doit être séché au champ jusqu'à une teneur en eau de 10 à 20 %. **Paille de blé**. Couper les résidus des plants (tiges séchées avec feuilles) laissés après la récolte du grain.

80) **Blé**. Comprend le blé amidonnier et le triticale. Aucune étude de transformation n'est nécessaire pour obtenir des tolérances spécifiques du blé amidonnier.

81) **Sous-produits de la mouture du blé**. Utiliser la valeur la plus élevée pour les finots, le son et les remoulages de blé.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 9

ESSAIS AU CHAMP SUR DES CULTURES

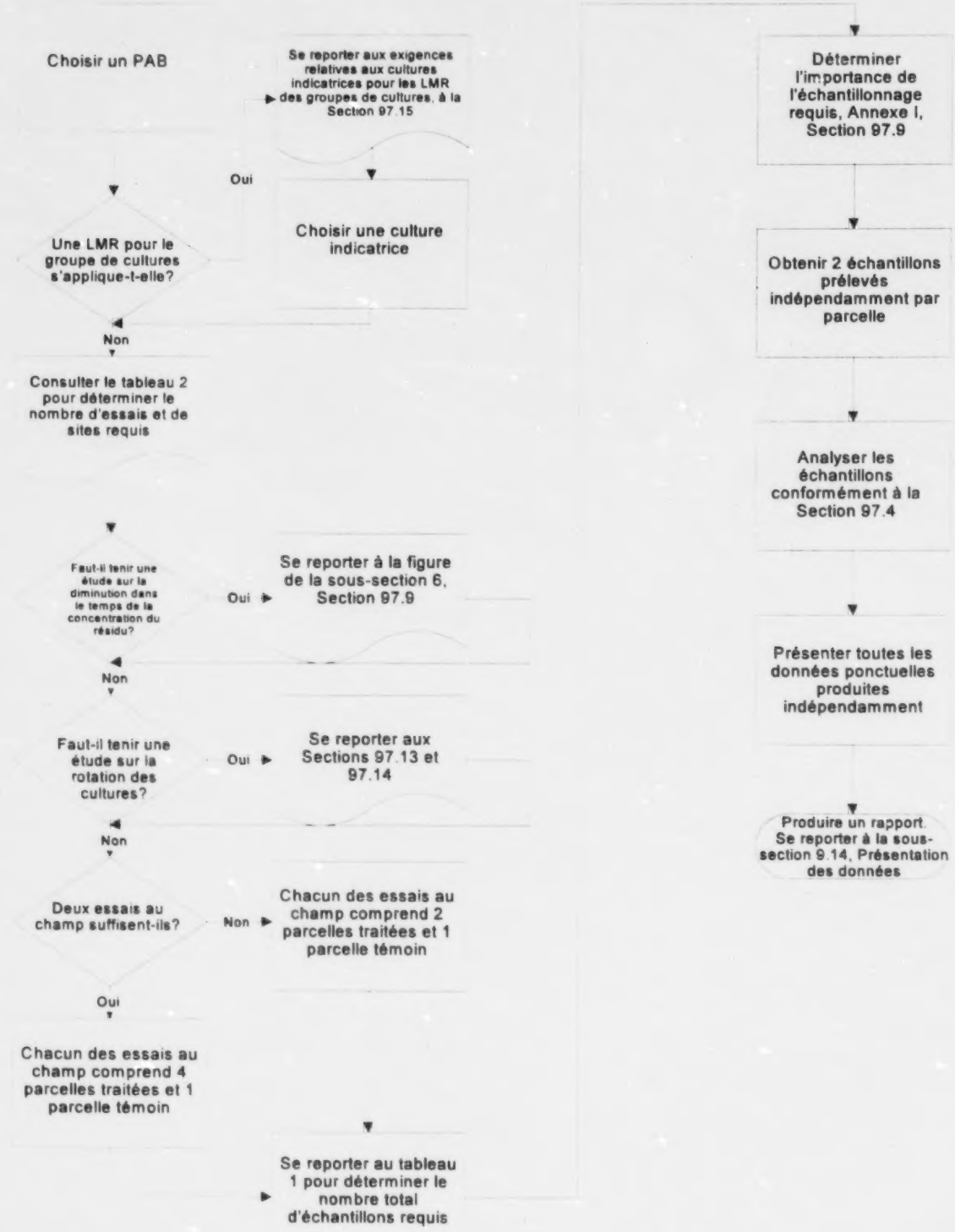
9.1 Préface

Le présent document a été préparé par la Division de l'Agriculture de Statistique Canada à l'intention de l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA), Santé Canada, en vertu d'un protocole d'entente conclu entre les deux ministères. La Division de l'agriculture a convenu de préparer une ébauche canadienne en s'inspirant du document intitulé *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry*, document préparé par l'US Environmental Protection Agency (US EPA), juin 1994. Se reporter à la référence 16. Le présent document a pour objet d'aider les demandeurs à réunir les données scientifiques exigées dans le cadre des essais contrôlés portant sur les résidus dans les cultures, et dans le cadre des études sur la baisse de la concentration des résidus.

Les tâches suivantes ont été menées à bien aux fins de l'élaboration du présent document :

- la délimitation des régions agricoles
- la détermination du nombre d'essais requis au champ pour toutes les cultures importantes au Canada aux fins de l'homologation nationale et provinciale des produits agrochimiques
- la répartition des essais sur le terrain entre les régions agricoles
- l'élaboration de lignes directrices relatives aux essais sur le terrain

Le diagramme suivant donne une vue d'ensemble des données à fournir dans le cadre d'essais dans les cultures sur le terrain.


Choisir un PAB
Se reporter aux exigences relatives aux cultures indicatrices pour les LMR des groupes de cultures, à la Section 97.15
Oui
Choisir une culture indicatrice
Une LMR pour le groupe de cultures s'applique-t-elle?
Non
Consulter le tableau 2 pour déterminer le nombre d'essais et de sites requis
Faut-il tenir une étude sur la diminution dans le temps de la concentration du résidu?
Oui
Se reporter à la figure de la sous-section 6, Section 97.9
Non
Faut-il tenir une étude sur la rotation des cultures?
Oui
Se reporter aux Sections 97.13 et 97.14
Non
Deux essais au champ suffisent-ils?
Non
Chacun des essais au champ comprend 2 parcelles traitées et 1 parcelle témoin
Oui
Chacun des essais au champ comprend 4 parcelles traitées et 1 parcelle témoin
Se reporter au tableau 1 pour déterminer le nombre total d'échantillons requis
Déterminer l'importance de l'échantillonnage requis, Annexe I, Section 97.9
Obtenir 2 échantillons prélevés indépendamment par parcelle
Analyser les échantillons conformément à la Section 97.4
Présenter toutes les données ponctuelles produites indépendamment
Produire un rapport. Se reporter à la sous-section 9.14, Présentation des données

9.2 Définitions

Voici des définitions de termes rencontrés dans le document intitulé Section 9, *Essais au champ sur des cultures* :

- Une « **parcelle** » désigne une portion de terrain aux limites définies qui est utilisée pour une culture donnée. Des parcelles d'essais répétés peuvent être établies à l'intérieur d'une même zone traitée dans un site. Pour des instructions sur les dimensions des parcelles et autres renseignements relatifs à la planification des essais au champ, le demandeur doit se reporter à la référence 21, Section 9. En outre, l'ARLA participe à l'élaboration d'un document d'orientation sur cette question, dans le cadre de l'Accord de libre-échange nord-américain (ALENA).

- Un « **site d'essai** » désigne une adresse ou un emplacement défini géographiquement au sein d'un pays, d'une région ou d'une province. Il s'agit généralement d'un champ, d'un espace, d'un plan d'eau ou d'une aire quelconque dans ou sur lequel un essai d'une substance agrochimique est réalisé. Dans la majorité des cas, il s'agit d'une exploitation agricole. Habituellement, un site comporte plusieurs parcelles qui font chacune l'objet d'un nombre déterminé d'applications de la substance à l'étude.

- Un « **essai au champ** » consiste en une ou plusieurs applications par saison de croissance d'une substance agrochimique formulée sur une culture donnée (ou sur le sol), dans un site d'essai, avec l'emploi de pratiques culturales réelles ou simulées. Les applications sont habituellement effectuées conformément aux utilisations homologuées ou proposées (ou, dans certains cas, à une fraction ou à un multiple des doses prévues), de manière à obtenir les échantillons de produits traités requis aux fins de l'établissement des limites maximales de résidus (LMR) et/ou des niveaux d'exposition par l'alimentation aux substances chimiques. Tout essai au champ doit se faire sur au moins deux parcelles; chacune fait l'objet d'une application distincte, au moyen d'un lot distinct de la formulation antiparasitaire.

- Une « **zone ou région** » est un secteur constitué de terres arables, géographiquement défini, où les différentes cultures produites sont essentiellement destinées à l'alimentation humaine ou animale. Les essais au champ sont effectués dans des zones spécifiées au tableau 2 de l'Appendice III, Section 9, *Essais au champ sur des cultures*.

- Un « **échantillon** » désigne une quantité déterminée d'unités d'un produit agricole donné, p. ex., nombre de fruits ou de tubercules, masse déterminée de grains, etc., prélevées aléatoirement dans une parcelle et pouvant être regroupées en un échantillon composé aux fins de l'analyse du produit agrochimique. Il convient de noter, comme il est mentionné à la section suivante, que les LMR sont habituellement fondées sur des analyses d'échantillons composés. À l'avenir, l'ARLA pourrait également exiger des demandeurs qu'ils effectuent des analyses de portions

individuelles (p. ex., une pomme, une pomme de terre) aux fins de l'évaluation du risque d'exposition par l'alimentation aux substances agrochimiques toxiques à effets aigus. Cette exigence ne sera pas examinée plus à fond dans le présent document.

9.2.1 Les bonnes pratiques agricoles en matière d'utilisation des substances agrochimiques (BPA)

englobent toutes les utilisations autorisées à l'échelle nationale de substances agrochimiques dans des conditions pratiques nécessaires pour lutter de façon efficace, fiable et sécuritaire contre les ravageurs, conformément aux indications figurant sur l'étiquette approuvée, c.-à-d. conformément au régime d'utilisation prescrit : dose (simple et nombre maximal par saison), dates, délai d'attente, etc. Les applications peuvent être effectuées à des doses diverses jusqu'à la dose maximale autorisée, à condition qu'elle soient faites de manière à laisser un résidu aussi faible que possible. Les utilisations sécuritaires autorisées sont déterminées à l'échelle nationale; elles incluent les utilisations homologuées à l'échelle nationale, lesquelles tiennent compte des considérations liées à la santé publique et professionnelle et à la sécurité environnementale. Les conditions réelles englobent toutes les étapes de la production, de l'entreposage, du transport, de la distribution et du conditionnement des aliments destinés à la consommation humaine et animale. L'acronyme « **bpa** » (en minuscules) s'applique aux utilisations sécuritaires proposées ou recommandées des substances agrochimiques, dans les conditions énoncées précédemment et définies sur l'étiquette proposée, soit conformément au régime d'utilisation prescrit : dose (simple et nombre maximal par saison), dates, délai d'attente, etc.

- Une « **étude** » est le rapport présenté au terme d'un programme de recherche comprenant des travaux au champ et au champ qui ont été effectués à au moins un site d'essai.

9.3 Introduction

L'ARLA est responsable de l'examen des demandes d'homologation de substances agrochimiques destinées à être utilisés dans les cultures au Canada. Durant l'examen des données présentées à l'appui des demandes, l'Agence accorde une très grande attention à la quantité et au type de résidus qui demeurent sur ou dans le matériel végétal traité à l'aide de la substance agrochimique visée par la demande. L'Agence exige des demandeurs qu'ils mesurent, au moyen d'un certain nombre d'essais au champ, le type et les concentrations de résidus laissés par cette substance, lorsque celle-ci est appliquée sur une culture donnée en un certain nombre d'endroits distincts conformément aux instructions figurant sur l'étiquette.

Le présent document a pour objet d'aider les demandeurs à réunir les données scientifiques exigées dans le cadre des essais contrôlés portant sur les résidus dans les cultures, et dans le cadre des études sur la baisse de la concentration des résidus. Bien que l'Agence estime que le nombre et l'emplacement des essais sont appropriés dans la

majorité des cas, il subsiste un risque que les résultats ne soient pas concluants. Le choix de plus d'un site d'étude aux fins des essais au champ permet d'apprécier la variabilité des résultats entre les divers sites imputable aux effets conjugués de facteurs tels que le type de sol, les conditions météorologiques et les pratiques culturales régionales. De la même façon, le prélèvement de plus d'un échantillon traité à chaque site permet de quantifier la variabilité observée dans le cadre de l'essai au champ et d'apprécier l'action de facteurs tels que le régime local d'écoulement des eaux ou les pratiques de mélange et de pulvérisation.

Il n'est pas obligatoire que les essais au champ se prolongent sur plus d'une saison de croissance sauf lorsque les conditions météorologiques ou climatiques pendant les essais s'écartent sensiblement de la normale, ou encore lorsque la demande d'homologation provinciale nécessite au moins huit essais au champ à l'échelle nationale, conformément au diagramme de l'Appendice II.

Le contenu du présent document est fondé sur les méthodes et les concepts décrits dans le document intitulé *EPA Guidance on Number and Location of Domestic Field Crop Trials for Establishment of Pesticide Residue Tolerances - June 1994*, document préparé par l'Environmental Protection Agency des États-Unis (U.S. EPA). Se reporter à la référence n° 16.

9.4 Nombre d'essais requis au champ selon le type de culture

Cultures considérées

Toutes les cultures dont la superficie en production s'élevait à au moins 250 hectares (620 acres) au moment du Recensement de l'agriculture de 1991 ont été considérées.

Les poireaux et les nectarines s'y sont ajoutés, le relevé des cultures fruitières et maraîchères de 1995 ayant indiqué que la superficie de ces cultures s'élevait à plus de 250 hectares. La rhubarbe a également été considérée, la superficie de cette culture approchant la limite inférieure de 207 hectares.

Même si leur superficie était inférieure à 250 hectares, mais à cause de leur importance sur le plan de la production et de la consommation saisonnières, la culture du champignon et certaines cultures de serre, comme la tomate, le concombre, la laitue et les piments, ont également été considérées. Les superficies de ces cultures sont exprimées en pieds carrés.

La majorité des denrées énumérées dans le questionnaire du recensement ont été considérées individuellement, mais d'autres ont été regroupées comme suit :

- le foin cultivé comprend toutes les graminées et légumineuses cultivées pour le fourrage ou la semence, soit la luzerne et les mélanges de luzerne, les autres foins cultivés, les graines fourragères et le gazon);

- le blé comprend le blé de printemps, le blé d'hiver et le blé dur;
- le seigle comprend les variétés de printemps et d'automne;
- les haricots secs de grande culture comprennent le haricot blanc, la gourgane (fève des marais) et les autres espèces de haricots secs, à l'exclusion du soja;
- les mélanges de céréales et les produits de pépinière n'ont pas été considérés, l'identité précise de leurs composantes étant incertaine.
- les cerises comprennent les variétés sucrées et les variétés sûres.

Le tableau I (appendice II) donne la liste des cultures devant faire l'objet d'un nombre déterminé, minimal d'essais au champ. Les superficies (hectares ou acres) mentionnées sont tirées principalement des publications suivantes de Statistique Canada :

Superficies en 1991 :
Profil agricole du Canada - Partie 1 (n° 93-350 au catalogue). Les données concernant certaines cultures de faible superficie ne figurant pas dans cette publication ont été obtenues de Statistique Canada, Recensement de l'agriculture (voir les références numéros 9 et 10).

Superficies en 1995 :
Série de rapports sur les grandes cultures (n° 22-002 au catalogue), *Production de fruits et légumes* (n° 22-003 au catalogue) et *L'industrie des cultures de serre* (n° 22-202 au catalogue). Se reporter aux références numéros 11, 12 et 13, respectivement).

Détermination du nombre d'essais requis au champ

Étape 1

À la lumière des indications suivantes, déterminer le nombre minimal d'essais au champ requis pour chaque culture :

Superficie en 1995		Nombre minimal d'essais au champ
Hectares	Acres	
> 4 046 860	> 10 000 000	16
> 404 690 ≤ 4 046 860	> 1 000 000 ≤ 10 000 000	12
>121 410 ≤ 404 690	> 300 000 ≤ 1 000 000	8
> 12 140 ≤ 121 410	> 30 000 ≤ 300 000	5
> 810 ≤ 12 140	> 2 000 ≤ 30 000	3
> 81 ≤ 810	> 200 ≤ 2 000	2
≤ 81	≤ 200	1

Étape 2

Augmenter d'un échelon (colonne de droite du tableau présenté ci-haut) le nombre minimal d'essais requis (p. ex., de 8 à 12 ou de 12 à 16) si la culture présente une superficie supérieure à 121 410 hectares (300 000 acres) et correspond à un apport alimentaire[1] estimé à au moins 0,40 %.

(blé, avoine, pomme de terre)

Étape 3

Réduire d'un échelon le nombre minimal d'essais requis si la culture présente une superficie supérieure à 121 410 hectares (300 000 acres) et correspond à un apport alimentaire inférieur à 0,10 %.

---

1 Apport alimentaire. Voir la section sur l'estimation de l'apport alimentaire, à la page 10 du présent document, et l'annexe III (appendice VI).

(foin cultivé, graine de lin, pois secs de grande culture, lentille, graine de moutarde, maïs à ensilage, graine d'alpiste des Canaries)

Étape 4

Augmenter d'un échelon le nombre minimal d'essais si la culture présente une superficie égale ou inférieure à 121 410 hectares (300 000 acres) et correspond à un apport alimentaire estimé à au moins 0,02 %.

(tous les fruits et légumes, sauf les canneberges, les amélanches, les oignons verts et les échalotes, le chou de Bruxelles, les radis, le chou chinois et les autres légumes feuilles utilisés dans les cuisines nationales, le poireau et les noisettes et les avelines)

Étape 5

Pour les cultures dont la superficie est supérieure à 121 410 hectares (300 000 acres) et dont l'apport alimentaire est supérieur à 1,00 %, le nombre minimal d'essais requis est de 16.

(blé, avoine*, pomme de terre)

*L'apport alimentaire de l'avoine est supérieur à 1,00 % si l'on considère uniquement les nourrissons, mais il s'abaisse sous cette valeur si l'on considère l'ensemble de la population (voir ci-après la section sur l'estimation de l'apport alimentaire).

Étape 6

Pour les cultures dont la superficie est égale ou inférieure à 121 410 hectares (300 000 acres) et dont l'apport alimentaire est supérieur à 1,00 %, le nombre minimal d'essais requis est de 12.

(pomme, tomate)

Nota

La méthode utilisée aux États-Unis comporte une étape additionnelle qui prévoit une diminution d'un échelon du nombre minimal d'essais lorsque 90 % de la superficie de la culture considérée se trouve dans une seule région. Cette étape est omise dans les lignes directrices canadiennes, car elle ne s'appliquerait qu'à une seule culture, le soja.

Limites maximales de résidus selon le groupe de cultures[2]

Lorsqu'une demande d'homologation est soumise pour un groupe de cultures, le nombre total, requis d'essais au champ doit être égal à la somme du nombre minimal d'essais au champ requis pour chacune des composantes du groupe, sous réserve de la restriction suivante. Lorsque le nombre d'essais requis pour une culture donnée est d'au moins huit, il peut être réduit d'un échelon (se reporter à l'étape 1, section sur la détermination du nombre d'essais requis au champ, pour le nombre minimal d'essais) si cette culture fait partie du groupe visé par la demande de LMR.

Exemple : une demande est soumise pour les haricots considérés en tant que groupe (soja, haricots secs de grande culture, haricot vert, haricot jaune). Le nombre d'essais normalement requis pour chaque culture est de 12, 5 et 5, respectivement (voir le tableau 1, appendice II), pour un total de 22. En vertu de la restriction énoncée au paragraphe précédent, le demandeur pourrait abaisser à 8 le nombre d'essais requis pour le soja, ce qui lui permettrait de réduire le nombre total d'essais requis à 18.

Estimation de l'apport alimentaire

Les données sur l'importance relative des divers produits agricoles dans l'alimentation des Canadiens sont tirées du Rapport sur les habitudes alimentaires - Nutrition Canada (1975, voir la référence n° 3) et sont exprimées sous forme de pourcentages par rapport à l'ensemble du régime alimentaire de la population en général (voir le tableau 1, appendice II).

Ces données ont servi de fondement à la détermination du nombre d'essais requis pour un produit donné (ce nombre variant en fonction de l'apport alimentaire de ce produit). Les seuils critiques reconnus aux États-Unis ont été retenus (1,00 %, 0,40 %, 0,10 % et 0,02 %).

Comme le prévoit la méthodologie américaine, on a examiné les données afin de déterminer si l'apport d'un produit donné chez les nourrissons non nourris au sein est supérieur à celui de ce même produit pour l'ensemble de la population. Aucune différence significative n'a été relevée, sauf dans le cas de l'avoine.

Aucune donnée n'était disponible dans bon nombre de cas. Les estimations proposées ci-dessous ont été adoptées de manière à combler ces lacunes.

- L'estimation de 0,17 % faite pour les prunes, pruneaux et abricots (Enquête de Nutrition Canada) a été répartie en fonction de la superficie relative de ces cultures, soit 0,13 % pour les prunes et pruneaux et 0,04 % pour les abricots.

---

[2] Pour les groupes de cultures ou les cultures représentatives d'un groupe, se reporter à la référence numéro 18; pour les codes alimentaires des produits, se reporter au *Codex Alimentarius* sur les résidus de pesticides dans les denrées alimentaires, Volume 2, 2e édition, 1993 ou version plus récente (voir la référence n° 1).

- L'estimation de 0,43 % faite pour les pêches et les nectarines (Enquête Nutrition Canada) a été répartie en fonction de la superficie relative de ces cultures, soit 0,40 % pour les pêches et 0,03 % pour les nectarines.

- L'estimation de 0,18 % faite pour le navet et le panais (Enquête de Nutrition Canada) a été répartie en fonction de la superficie relative de ces cultures, soit 0,16 % pour le navet et 0,02 % pour le panais.

- L'apport estimé pour les courges, la courgette et la citrouille (0,06 %) a été alloué entièrement aux courges.

- D'après les données sur les exigences alimentaires humaines obtenues de la Sous-section de la commercialisation des grains et oléagineux de Statistique Canada, l'apport alimentaire de l'orge est estimé à environ 0,10 %.

- D'après Nutrition Canada, les huiles végétales utilisées dans l'huile de cuisson, les sauces à salade et la margarine représentent un apport de 0,47 %. Le maïs, le canola, le soja, le tournesol et le carthame produits au Canada sont les principales sources d'huile végétale, le canola, le maïs et le soja étant de loin les plus importantes. Selon toute vraisemblance, ni le canola ni le soja n'approche ou ne dépasse le seuil de 0,40 %. Toutefois, leur apport respectif dépasse probablement 0,10 %.

- Il est estimé que l'apport du foin cultivé, du maïs à ensilage, de la graine de lin, des lentilles, de la graine de moutarde, de la graine d'alpiste des Canaries et des pois secs de grande culture est inférieur à 0,10 % aux fins de l'application de l'étape 3.

- Il est estimé que l'apport des haricots secs de grande culture, du tournesol, du tabac, de la betterave à sucre, du sarrasin, du millet, du triticale, du carthame, de la graine de carvi et du ginseng est inférieur à 0,02 % aux fins de l'application des étapes 4 et 6.

- Il est estimé que l'apport des canneberges et des amélanches est inférieur à 0,02 % aux fins de l'application des étapes 4 et 6.

- L'apport de toutes les noix, à l'exception des arachides, étant estimé à 0,03 % par Nutrition Canada, il est estimé que celui des noisettes et des avelines est inférieur à 0,02 %.

- L'Enquête de Nutrition Canada ne fournit aucune information sur l'apport alimentaire de bon nombre de légumes d'importance secondaire (radis, chou de Bruxelles, oignon vert et échalote, chou chinois, poireau et épinard). En comparant les superficies de ces cultures à celles d'autres légumes et en considérant l'apport de ces mêmes produits à l'alimentation de la population américaine, on estime que l'apport des épinards est de 0,02 % et n'atteint donc pas la valeur de 1,00 % prévue aux fins de l'application des

étapes 4 et 6. Il est estimé que l'apport des autres produits susmentionnés est inférieur à 0,02 %.

Augmentation/diminution du nombre d'essais requis

Les critères énoncés précédemment visent à uniformiser le nombre requis d'essais au champ. À noter toutefois que dans la majorité des cas (voir le prochain paragraphe), le nombre d'essais établi conformément à ces critères et présenté au tableau 1 (appendice II) correspond au nombre minimal d'essais jugé acceptable, sauf en ce qui concerne les LMR associées à des groupes de cultures. Se reporter à la section 15, *Groupes de cultures*, en 15.4), LMR des groupes de cultures. L'autre exception concerne les utilisations qui n'entraînent aucun dépôt quantifiable de résidus, comme il est mentionné plus loin dans le présent document. La réalisation d'un plus grand nombre d'essais est toujours souhaitable et même encouragée, puisque l'obtention d'un plus grand nombre de données ponctuelles permet de prévoir avec plus de certitude les concentrations de résidus.

Tel qu'il a été mentionné précédemment, l'ARLA a tenu compte de plusieurs facteurs importants pour déterminer le nombre minimal d'essais requis, et elle estime que les différentes valeurs obtenues sont applicables dans la majorité des cas. Toutefois, dans certaines circonstances bien précises, l'ARLA pourrait exiger la tenue d'essais additionnels ou accepter une réduction du nombre d'essais requis par rapport aux valeurs indiquées dans le tableau 1 (appendice II). À noter que, lorsque les données requises sur les résidus varient fortement ou encore qu'elles ne permettent pas de tirer des conclusions, il se peut que de nouvelles données sur les résidus soient demandées ou exigées. Les demandeurs qui souhaitent réduire le nombre d'essais requis pour une culture donnée doivent fonder leur décision sur une argumentation scientifique rigoureuse. En pareil cas, l'Agence leur recommande fortement de lui soumettre un protocole décrivant le nombre et l'emplacement des essais et les preuves scientifiques voulues avant d'entreprendre les essais.

Le nombre d'essais requis, indiqués au tableau 1 (appendice II) correspond au nombre acceptable d'essais requis, lorsque la substance à l'étude est utilisée conformément aux conditions spécifiées sur l'étiquette de manière à obtenir les plus fortes concentrations de résidus. Dans la majorité des cas, les essais sont réalisés aux plus fortes doses prévues par application et par saison, à la fréquence autorisée la plus élevée, et aux intervalles les plus rapprochés entre chaque application, ainsi qu'avec le plus court délai d'attente avant la récolte. Les essais réalisés dans d'autres conditions d'utilisation ne comptent pas, à moins que les différences à cet égard soient non significatives (écart de l'ordre de 20 % par rapport aux bpa (homologation proposée), p. ex., dans la dose ou le délai d'attente, c.-à-d. un écart de 20 % pour n'importe quel élément, sauf si celui-ci a une incidence importante sur les résidus). Dans le cas où le demandeur souhaite recourir à plusieurs modes d'utilisation, mais ignore lequel engendre les plus fortes concentrations de résidus (p. ex., différents délais d'attente avant la récolte en fonction de la dose), la totalité des essais prévus doit être effectuée pour chaque mode d'utilisation, à moins que des études

comparatives permettent d'établir quel mode d'emploi produit constamment les plus fortes concentrations de résidus. Des précisions additionnelles sur les utilisations en début de saison sont présentées à la sous-section 8 de la présente section. En outre, tout essai qui, pour toute autre raison, ne permet pas d'obtenir des échantillons valables reflétant les utilisations proposées, ne sera pas considéré. L'impossibilité d'obtenir des échantillons valables peut être due à plusieurs facteurs, notamment l'échec de la culture, des erreurs d'étiquetage (des échantillons), la contamination, l'utilisation impropre de la substance à l'étude ou l'absence de documentation attestant de l'intégrité des échantillons depuis le prélèvement jusqu'à l'analyse. Pour toutes ces raisons, les demandeurs ont tout intérêt à réaliser un plus grand nombre d'essais au champ que le nombre minimal indiqué au tableau 1 (appendice II).

Tel qu'indiqué précédemment, l'Agence estime que un ou deux essais suffisent pour les cultures occupant une très faible superficie (81-810 hectares ou 200-2 000 acres). Dans ces conditions, les demandeurs peuvent réaliser des essais au champ additionnels afin de déterminer avec précision l'ordre de grandeur des concentrations de résidus engendrées par l'utilisation à l'étude. En fait, les demandeurs peuvent en tout temps réaliser au moins trois essais à la dose de X, à raison de deux échantillons traités par essai, au lieu des deux essais requis, à raison d'au moins quatre échantillons traités par essai et sur des parcelles traitées à la dose de X, (ou sur 2 parcelles à la dose de X et sur deux autres parcelles à la dose de 2X lorsque la concentration des résidus est inférieure à la limite de quantification (LQ) tel que vu précédemment.)

Remarques additionnelles

Il convient d'apporter les précisions additionnelles suivantes concernant le nombre d'essais requis figurant au tableau 1 (appendice II) :

1. Des études sur la baisse de la concentration des résidus sont souvent requises au regard de nombreuses utilisations dans les cultures nécessitant ≥5 essais. Se reporter à la sous-section 6 de la présente section, intitulée *Études sur la baisse de la concentration des résidus*, pour obtenir des renseignements plus complets sur la question.

2. Les valeurs présentées au tableau 1 (appendice II) sont pertinentes dans la mesure où chaque culture est la seule de son groupe à faire l'objet d'une demande de LMR. Se reporter en 15.4 de la section 15, *Groupes de cultures*, intitulée *Limites maximales de résidus pour les groupes de cultures*, afin de prendre connaissance du nombre d'essais requis pour chacun des groupes de cultures.

3. Une réduction du nombre d'essais requis peut être autorisée pour les utilisations n'engendrant aucun dépôt quantifiable de résidus. Se reporter à la sous-section 7 de la présente section, intitulée *Utilisations n'engendrant aucun dépôt quantifiable de résidus*, pour obtenir des précisions additionnelles sur cette question.

4. Les valeurs indiquées au tableau 1 (appendice II) sont pertinentes dans la mesure où un seul type de formulation fait l'objet d'une demande d'homologation en vue de son utilisation sur une culture donnée. Se reporter à la sous-section 9.10 de la présente section, intitulée *Formulations*, pour connaître les exigences relatives aux données à recueillir pour d'autres types de formulations.

5. Le nombre d'essais requis peut également varier en fonction des volumes de pesticide appliqué, spécifiés pour certaines utilisations, en particulier les pulvérisations à ultra-bas volume (UBV) et les applications dans les vergers. Cette question est examinée plus à fond à la sous-section 9.11 de la présente section, intitulée *Volumes appliqués - équipement d'épandage au sol ou de pulvérisation aérienne*.

6. Le nombre d'essais requis peut être réduit pour une homologation modifiée s'il est démontré que la LMR déjà établie est acceptable. Se reporter à la sous-section 9.12 de la présente section, intitulée *Homologations modifiées*, pour obtenir des précisions additionnelles sur la question.

7. Les valeurs présentées au tableau 1 (appendice II) s'appliquent uniquement à l'homologation nationale d'utilisations au sol dans des cultures canadiennes. Les exigences relatives aux données à recueillir aux fins de l'établissement des LMR s'appliquent autant aux produits d'importation qu'aux produits canadiens.

8. Les valeurs indiquées correspondent au nombre d'essais requis aux fins de l'établissement de LMR permanentes. À l'avenir, il sera peut-être possible d'établir des LMR provisoires. L'ARLA envisage d'exiger la moitié du nombre total d'essais requis aux fins de l'homologation nationale, pour un nombre minimal de deux.

9. Pour tous les essais effectués au champ, les demandeurs doivent fournir les renseignements suivants : description des méthodes d'analyse validées, données pertinentes sur la stabilité durant l'entreposage, documentation sur la façon dont les échantillons ont été manipulés, expédiés et entreposés, durées de conservation et conditions auxquelles ils ont été exposés depuis leur prélèvement jusqu'à leur analyse. Se reporter aux sections 3, *Méthodes d'analyse des résidus*, et 5, *Données de stabilité durant l'entreposage*, de la présente directive, et aux directives d'homologation Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit du système intégré,* et Dir 98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une formulation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits du système intégré homologués* (voir les références n^{os} 5, 6 et 8, respectivement).

10. Tous les essais au champ doivent prévoir le prélèvement et l'analyse d'échantillons traités et d'échantillons témoins provenant de chacun des produits agricoles bruts (PBA) issus des cultures énumérées à l'annexe I, appendice I (p. ex., maïs-grain et maïs à ensilage).

11. Les essais au champ doivent couvrir toutes les variétés d'une culture présentant un intérêt commercial important, de même qu'ils doivent tenir compte de toutes les variations à incidences saisonnières, p. ex., le blé d'hiver par opposition au blé de printemps. Il est particulièrement important d'obtenir des données sur les diverses variétés si celles -ci présentent des différences significatives sur le plan de la taille et/ou de la durée de la saison de croissance.

12. Aux fins de l'homologation nationale, il n'est pas nécessaire que les essais au champ se prolongent sur plus d'une saison de croissance, c.-à-d. sur plus d'une année. Toutefois, la chose est parfois souhaitable, en particulier lorsque les conditions météorologiques/climatiques s'écartent de façon significative de la normale. Lorsque la demande d'homologation vise spécifiquement une région donnée, p. ex., une province, les essais doivent s'étendre sur plus d'une saison de croissance lorsque la culture traitée nécessite au moins huit essais au champ à l'échelle nationale tel que spécifié à l'annexe II, appendice V.

13. Le nombre d'essais requis a été établi pour les applications au sol sur des cultures en croissance. Il ne s'applique pas au traitement après la récolte de produits agricoles tels que les fruits ou le grain ensilé, ou encore à des produits de serre. En raison de conditions climatiques contrôlées ou d'utilisations particulières, notamment le traitement post-récolte des fruits par immersion, des céréales et des cultures de serre, deux essais et huit échantillons traités suffisent. Les exigences pour les autres applications continueront d'être établies au cas par cas.

14. Lorsque l'étude par radiomarquage d'une culture obtenue à partir de semences traitées montre qu'il ne se produit pas d'absorption de résidus, c.-à-d. que les résidus radioactifs totaux (RRT) sont trouvés en concentration inférieure à cinq parties par milliard (10^9) dans l'ensemble des tissus végétaux, il n'est pas nécessaire de présenter d'autres données. Lorsque cette concentration dépasse la limite indiquée, la culture n'est pas considérée différemment des autres utilisations alimentaires, et toutes les exigences concernant les données requises s'appliquent. Toutefois, dans de nombreux cas, de telles utilisations peuvent satisfaire aux critères autorisant une réduction de 25 % du nombre d'essais requis, car les concentrations de résidus générées sont inférieures à la LQ de la méthode.

9.5 Exigences liées à l'échantillonnage

En ce qui a trait à la façon dont les échantillons doivent être prélevés, l'Agence établit habituellement son évaluation des LMR en se fondant sur les résultats d'analyses d'échantillons composés.

Nombre/masse des échantillons

Le nombre ou la masse des produits agricoles qui doivent être récoltés aux fins de la constitution de chaque échantillon composé est précisé dans les Lignes directrices du Codex relatives à la taille minimale des échantillons de produits agricoles devant être prélevés dans le cadre des essais contrôlés au champ aux fins du dosage des résidus (voir appendice 1, annexe 1, ALINORM 87/24A, 1987, référence 2). Ce document d'orientation a été passé en revue par l'ARLA, les changements apportés visant à expliciter les exigences relatives à l'échantillonnage de tous les PAB listés. Les demandeurs doivent se conformer à ces lignes directrices.

Dans chaque rapport sur les essais au champ, les demandeurs doivent indiquer s'ils se sont conformés à ces lignes directrices et, le cas échéant, expliquer pourquoi ils y ont dérogé et indiquer en quoi le protocole d'échantillonnage retenu s'écarte des recommandations du Codex. Ils doivent également indiquer combien d'unités de produits agricoles ils ont utilisées pour former les échantillons composés, ainsi que la masse de ces échantillons.

Nombre d'échantillons par parcelle

En ce qui a trait au nombre d'échantillons par parcelle, l'Agence estime qu'il est nécessaire de prélever deux échantillons composés de la culture traitée pour obtenir une estimation acceptable de la variabilité, mais qu'il est inutile de prélever trois échantillons ou plus, le gain d'information ainsi obtenu étant trop faible.

Nombre d'essais au champ

Le nombre d'essais au champ requis pour chacune des cultures utilisées pour ces essais et qui figurent dans les tableaux de l'appendice II correspond au nombre minimal d'essais acceptables et conformes au mode d'emploi inscrit sur l'étiquette qui donne les concentrations les plus élevées de résidus. L'ARLA ne tient pas compte des essais correspondant à d'autres modes d'emploi ou qui, pour une raison ou pour une autre, ne produisent pas d'échantillons utilisables. En outre, le nombre prévu d'essais repose sur l'hypothèse selon laquelle un seul type de formulation servira sur la culture utilisée pour les essais. Lorsqu'on envisage l'usage de plus d'un type de formulation, il se peut qu'on ait à fournir des données additionnelles, conformément à ce qui est stipulé à la partie 9.10, intitulée *Formulations*.

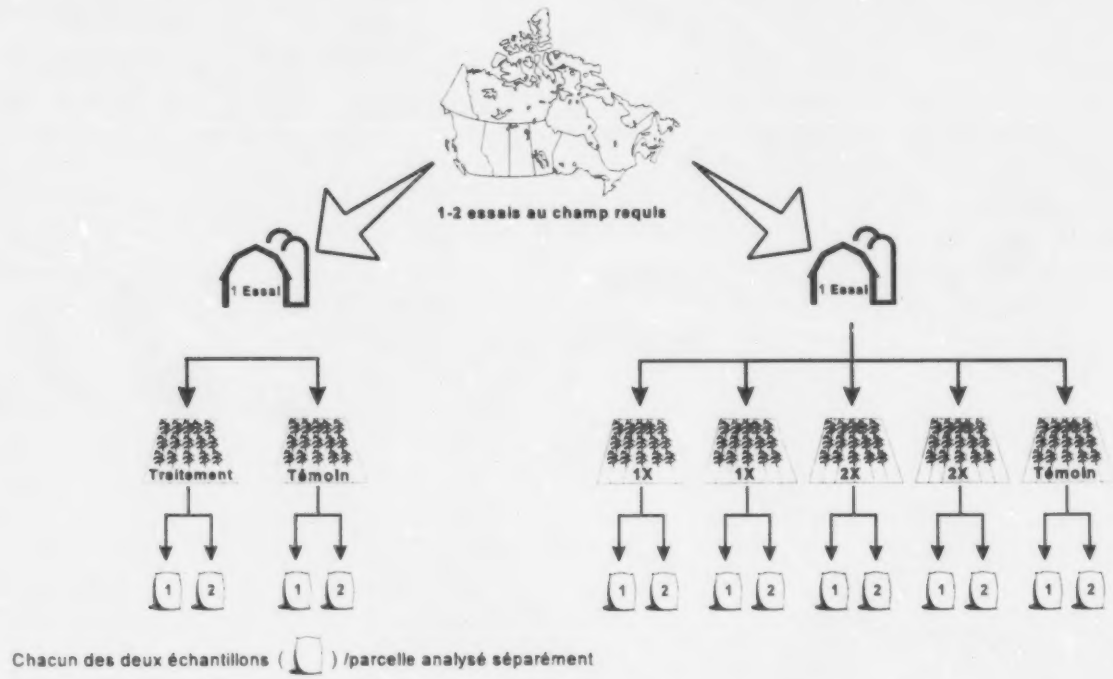
A) Cultures nécessitant un ou deux essais au champ

Pour les cultures ne nécessitant que un ou deux essais au champ (81-810 hectares ou 200-2 000 acres), le demandeur peut prélever deux échantillons composés par parcelle traités à la dose proposée ou homologuée (x), si la LQ est assez basse (0,01 - 0,05 ppm) (voir la sous-section intitulée *Détermination du nombre d'essais requis au champ*). Si elle dépasse 0,05 ppm, deux parcelles doivent recevoir la dose x, les deux autres le double de cette dose (bpa, homologation proposée).

En outre, les formulations de la substance agrochimique appliquées dans chaque parcelle doivent avoir été préparées séparément pour permettre d'évaluer la variabilité. En d'autres mots, le même mélange en cuve ne doit pas être appliqué sur plus d'une parcelle (dose de traitement avec les pesticides, solution à pulvériser, formulation, lot, etc. ne peuvent pas servir au traitement de plus d'une parcelle).

NOTA : Tel que mentionné en 9.4, le demandeur peut effectuer au moins trois essais au champ à la dose proposée ou homologuée (x) (à raison de deux parcelles traitées par essai) au lieu de deux essais (à raison d'au moins quatre échantillons traités par essai et par parcelle à la dose de X.

Voici une vue d'ensemble des cultures qui doivent faire l'objet de deux essais :



Chacun des deux échantillons ( ) /parcelle analysé séparément

*Si la L est assez basse (0,01 - 0,05), une ou deux parcelles doivent recevoir la dose proposée ou homologuée (x); si elle dépass 0,05 ppm, deux parcelles doivent recevoir la dose x, les deux autres le double de cette dose (bpa, homologation proposée).

B) Cultures nécessitant au moins trois essais au champ

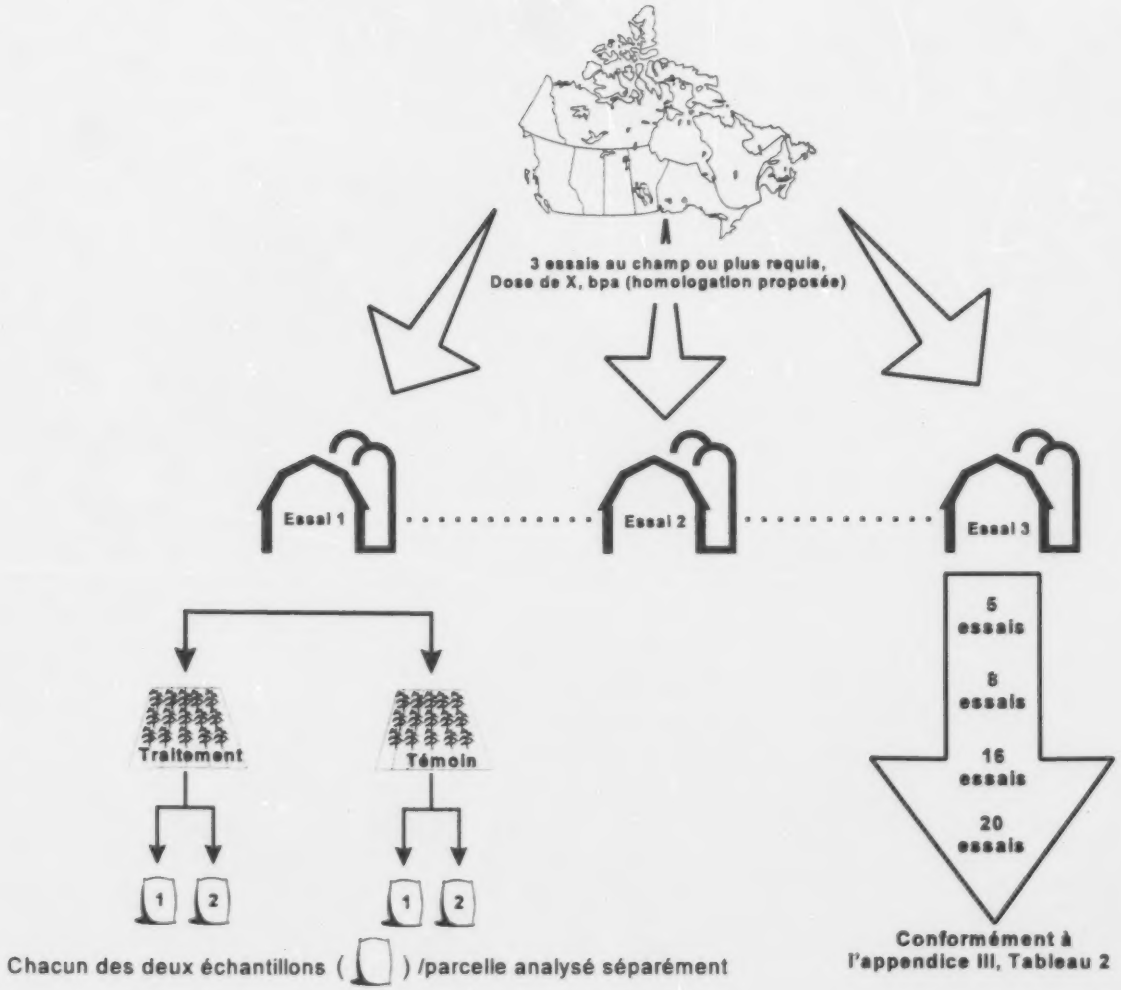
L'Agence est parvenue à la conclusion que, pour une culture traitée donnée, deux échantillons composés, constitués indépendamment, doivent être prélevés dans chaque parcelle de chacun des sites (c.-à-d., dans le cadre de chaque essai au champ, à l'exception des cultures nécessitant seulement 2 essais, dont il est question plus loin dans cette section). En outre, au moins un échantillon témoin (provenant d'une culture non traitée) doit être prélevé dans chaque site aux fins des analyses.

Dans le cas où les deux échantillons composés, constitués indépendamment, proviennent d'une même parcelle, il est essentiel qu'ils soient prélevés en deux séances d'échantillonnage distinctes, conformément aux lignes directrices du Codex révisées par l'ARLA, mentionnées précédemment. Se reporter à l'appendice I. La subdivision d'un échantillon provenant d'une même parcelle en deux sous-échantillons ou la réalisation de deux analyses à partir d'un même échantillon n'est pas une option de remplacement acceptable au prélèvement et à l'analyse de deux échantillons.

En d'autres mots, les résultats d'analyses multiples d'un échantillon unique ou de sous-échantillons constituent l'équivalent d'une seule donnée ponctuelle. Toutefois, comme on le verra plus loin, le demandeur doit présenter chaque résultat dans le rapport et indiquer clairement à quel échantillon ces résultats se rapportent s'il décide d'effectuer ce type d'analyses multiples.

À l'avenir, l'ARLA pourra exiger du demandeur qu'il évalue si les ensembles de données issus d'analyses d'essais au champ ont une distribution normale, c.-à-d. si les données suivent une distribution statistique normale.

Voici une vue d'ensemble des cultures qui doivent faire l'objet de 3, 5, 8, 12, 16 et 20 essais au champ.



Manipulation des échantillons

En ce qui concerne la manipulation des échantillons à l'étape de l'analyse des résidus, les demandeurs doivent se conformer aux directives relatives à la constitution et à la fragmentation des échantillons composés qui sont énoncées à la section 102 du *Pesticide Analytical Manual* de la FDA des États-Unis, Volume 1 (PAM 1, voir la référence nº 19), exception faite des indications relatives au lavage des PAB préalablement aux analyses. Dans ce cas, les demandeurs doivent suivre les directives données en 4.(a)(i)(A), Échantillons de produits prêts pour la commercialisation, des *Méthodes d'analyse des résidus de pesticide dans les aliments* (réf. 22), soit de ne pas laver les échantillons; cet avis est confirmé dans les Directives de la FAO (Réf. 23). Bien qu'il ne soit pas nécessaire de procéder à des analyses multiples de chaque échantillon, cette mesure est souhaitable, à titre de vérification, au cas où les concentrations de résidus détectées dans les deux échantillons composés diffèrent de façon significative.

Dans tous les rapports décrivant les essais effectués au champ, les demandeurs doivent indiquer clairement si chacune des concentrations de résidus mesurées provient d'un échantillon différent ou si elle résulte d'une deuxième analyse d'un même échantillon. Dans un cas comme dans l'autre, les demandeurs doivent présenter les résultats de toutes les analyses effectuées sur un même échantillon, ainsi que ceux des analyses de plusieurs échantillons prélevés dans le cadre d'un même essai.

Présentation des données

Toutes les valeurs individuelles et les moyennes calculées pour chaque site doivent être présentées, de manière à permettre une évaluation appropriée.

9.6 Régions d'essais au champ

Méthode de délimitation des régions d'essais au champ sur des cultures

La délimitation des régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada a été réalisée à l'aide du matériel et du logiciel de traitement des données du Système d'information géographique (SIG) de la Section d'analyse spatiale et d'applications géomatiques (ASAG), Division de l'agriculture, Statistique Canada. À cette fin, on a intégré, évalué et consulté de nombreuses sources de données géographiques dans un SIG afin de déterminer lesquelles convenaient le mieux aux utilisations proposées.

Avant d'entreprendre la délimitation des régions canadiennes, on s'est inspiré des descriptions géographiques présentées dans le document de l'EPA intitulé *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry* (Référence 16) pour numériser les régions d'essais au champ dans les cultures délimitées aux États-Unis. Cette démarche préliminaire visait à cerner les difficultés potentielles associées à la délimitation des régions canadiennes le long de la frontière Canada/États-Unis.

Aux fins de la délimitation des régions canadiennes d'essais au champ, on a constitué des couvertures décrivant les régions cultivées en exploitation et l'emplacement des terres labourables (terres arables). Les cartes des régions cultivées, c.-à-d. les cartes de répartition par points des superficies et des terres cultivées du Canada, sont fondées sur l'Oekoumène agricole de 1991 et les données statistiques du Recensement de l'agriculture de 1991 (Statistique Canada). Les superficies des terres arables au Canada ont été déduites par recoupement des données de l'Oekoumène agricole avec celles du *Recensement de l'Inventaire des terres du Canada* (ITC) pour les couvertures des terres agricoles. Une description plus détaillée de la méthodologie et des critères utilisés pour la délimitation des terres arables et des régions cultivées au Canada est présentée dans un rapport publié antérieurement (SAGA/PMRA, 1996, voir la référence n° 15). Les terres situées à l'extérieur des régions arables ne présentent aucun potentiel agricole et, de ce fait, n'ont pas été considérées aux fins de la délimitation des régions d'essais au champ.

De nombreuses cartes (documents numériques ou copies-papier) ont été traitées et intégrées dans un SIG. La première tâche consistait à évaluer les forces et les lacunes des diverses bases de données disponibles. À cette fin, on a examiné la documentation pertinente afin de bien comprendre le contenu et les informations utilisées pour produire chacune des bases de données. On a ensuite eu recours au SIG pour réaliser une évaluation spatiale des diverses bases de données numériques. Cet exercice a fait ressortir les similitudes et les divergences entre les diverses bases de données et a permis d'évaluer l'ampleur des différences décelées à la lumière des informations tirées de la documentation pertinente.

Ce chevauchement d'information s'est avéré utile pour vérifier l'emplacement des limites et éliminer les couvertures moins importantes ou redondantes. La base de données sur les écorégions du Canada a fourni une carte de base utile pour la délimitation des régions, car celle-ci est dérivée de la base de données sur les pédo-paysages du Canada et présente en une seule couverture des données sur le climat, le sol et la topographie. Un recoupement des données de l'Oekoumène agricole avec celles de la base de données sur les écorégions du Canada a fait ressortir des disparités d'ordre écologique entre les régions agricoles du Canada. Les données sur le sol et le climat tirées de la base de données sur les sols du Canada et de la base de données sur les caractéristiques climatiques du Canada ont permis d'affiner la caractérisation des régions écologiques. Au terme de cette analyse, les huit bases de données suivantes ont été retenues comme principales sources d'information aux fins de la délimitation des régions :

- Oekoumène agricole du Canada (ASAG, Division de l'agriculture, Statistique Canada);
- Terres arables au Canada (ASAG, Division de l'agriculture, Statistique Canada);
- Écozones et écorégions terrestres du Canada (Environnement Canada);
- Régions écoclimatiques du Canada (Environnement Canada);
- Carte des sols canadiens (Agriculture et Agroalimentaire Canada);
- Inventaire des terres du Canada propices à l'agriculture (Environnement Canada);

- Cartes de points de la superficie des cultures (ASAG, Division de l'agriculture, Statistique Canada);
- Caractéristiques climatiques du Canada (Ressources naturelles Canada)

D'autres sources de données ont été consultées au besoin.

L'étape suivante a consisté à afficher systématiquement les cartes numériques et les diverses combinaisons de cartes superposées à l'aide du logiciel SIG. Chaque couverture a été examinée individuellement, puis intégrée aux autres couvertures en vue d'illustrer les principales caractéristiques biophysiques d'une région et les liens avec les pratiques culturales. L'évolution des conditions biophysiques dans la vallée du Fraser (Colombie-Britannique) et l'émergence de la culture fruitière illustrent bien l'importance de ces liens.

Une fois établis les liens entre les principales caractéristiques biophysiques et les pratiques culturales, le personnel de l'ASAG s'est employé à délimiter les régions sur la base de cultures et de conditions biophysiques communes. Les limites entre les régions sont tantôt bien tranchées, tantôt floues. Dans le premier cas, la majorité ou la totalité des sources d'information consultées font état de différences importantes entre deux régions données. Dans le sud de l'Ontario, la frontière qui sépare les zones 5 et 5A, depuis le Saint-Laurent jusqu'à la baie Georgienne, constitue un excellent exemple de démarcation nette. À cet endroit, l'extension du bouclier canadien vers le sud s'accompagne d'un changement subit des conditions biophysiques et, de ce fait, de la nature des cultures qu'on peut y pratiquer. Dans le cas des limites floues, la transition observée au plan des conditions biophysiques et des pratiques culturales est plus graduelle. La transition observée dans les Prairies entre les conditions sèches qui règnent à Swift Current (Saskatchewan) et les conditions fraîches tempérées qui prévalent dans la région de la rivière de la Paix constitue un bon exemple de démarcation floue.

Les cartes de répartition par points des superficies cultivées ont facilité l'établissement des limites des régions. Les cartes des régions cultivées et les cartes écologiques rendent compte des variations pédologiques et climatiques, mais comportent certaines anomalies imputables à la modification du paysage ou à des phénomènes anthropiques comme l'irrigation. Ces anomalies ont été prises en compte au moment d'établir les limites des régions d'essais au champ. Un bon exemple d'anomalie s'observe dans le district d'irrigation de l'Alberta, qui présente des conditions biophysiques semblables à celles de la zone 7. Du fait qu'elle est irriguée, cette région présente une combinaison de cultures très différente de celle observée dans les zones 7 et 14. La zone 7 renferme de nombreuses régions irriguées mais, en raison de l'importance de l'anomalie de l'Alberta, on en a fait une sous-région à part entière. Cette façon de faire facilite la distinction des régions d'essais au champ et prend en compte les liens étroits qui existent entre les cultures et les conditions biophysiques.

Le personnel de l'ASAG a produit et évalué plusieurs cartes préliminaires des régions d'essais au champ. Chaque version accordait une importance différente aux diverses sources d'information utilisées aux fins de la délimitation des régions. En consultation avec l'ARLA, une version préliminaire définitive établie à l'aide de la méthode de délimitation utilisée aux États-Unis a été choisie.

La version finale a été obtenue en modifiant la version préliminaire définitive en fonction de caractéristiques choisies. Aux États-Unis, on s'est servi de divers repères (routes, cours d'eau ou frontières politiques) pour délimiter les régions. Dans de nombreuses parties du Canada, ces balises font défaut. On a donc décidé d'utiliser les zones de sols pour délimiter les régions. Cette approche prend en compte le lien qui existe entre les sols, le climat et les cultures et permet de vérifier facilement si un site d'essai est compris dans une des grandes zones de sols.

L'ARLA a soumis à ses principaux partenaires des exemplaires de la carte des régions d'essais au champ dans les cultures. Une dernière modification mineure a été apportée au plan à la lumière des commentaires reçus. Le plan de délimitation des régions d'essais au champ a finalement été adopté le 9 février 1996.

Production de cartes

Cinq cartes illustrant la répartition finale des régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada ont été produites sous forme de documents numérisés ou de documents sur papier (voir l'appendice VI). Ces cinq cartes présentent la répartition des régions d'essais au champ au Canada, dans le nord des États-Unis et en Amérique du Nord.

Ces cartes portent les titres suivants :

- *Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et aux États-Unis*
- *Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et dans le nord des États-Unis*
- *Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites sur les terres arables au Canada*
- *Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada*
- *Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada - Zones sécuritaires*

Description des régions d'essais au champ sur des cultures

Cette sous-section décrit les sept régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les quatre pour les cultures sur surfaces réduites. Chacune de ces régions présente des conditions physiques particulières (p. ex., sols, cultures et climat) qui lui confèrent un

caractère unique dans le paysage agricole canadien. La création de sous-zones reflète l'existence de différences à l'intérieur d'une même région. Ces différences ont une incidence sur les types de cultures qui sont pratiquées dans chaque sous-région.

Les régions canadiennes correspondent dans la mesure du possible aux régions délimitées aux États-Unis, conformément aux descriptions globales présentées à la section précédente.

Les régions portent les noms suivants :

- Zone 1: Appalaches
- Zone 1A: Atlantique
- Zone 5: Sud de l'Ontario
- Zone 5A: Nord du bouclier
- Zone 5B: Vallée du Saint-Laurent
- Zone 7: Prairie aride
- Zone 7A: Sud de l'Alberta
- Zone 9: Montagnes Rocheuses
- Zone 11: Terres intérieures arides
- Zone 12: Pacifique
- Zone 14: Nord des Prairies

La **zone des Appalaches (zone 1)** couvre la totalité du Nouveau-Brunswick, la Gaspésie et le complexe appalachien du sud du Québec. Les sols dominants sont des podzols humo-ferriques, avec des inclusions occasionnelles de luvisols gris et de brunisols dystriques. Ces sols marginaux à intermédiaires se trouvent dans une région très accidentée, en particulier dans les secteurs montagneux des Appalaches. Le climat est tempéré humide, et les valeurs pour la majorité des indicateurs (p. ex., unité thermique maïs) sont faibles à intermédiaires. Le potentiel agricole de la région est marginal, sauf en quelques endroits, où il est intermédiaire. Les principales espèces cultivées sont la pomme de terre, les céréales, le foin cultivé et, dans une moindre mesure, les légumes.

La **zone de l'Atlantique (zone 1A)** se distingue de la zone 1 par son climat plus favorable à l'agriculture. Le potentiel de production fruitière et maraîchère de cette zone est donc supérieur à celui de la zone 1.

La **zone du sud de l'Ontario (zone 5)** s'étend depuis Windsor jusqu'au Saint-Laurent, immédiatement au nord de Kingston. Les luvisols brun-gris sont les sols dominants, mais on observe de vastes secteurs de gleysols humiques au sud et de brunisols mélaniques au nord. Du fait de la présence de ces sols de qualité, la région est classée dans l'Inventaire des terres du Canada comme ayant un fort potentiel agricole. Le climat, modéré, permet la culture d'un grand nombre d'espèces végétales. Le terrain est dans l'ensemble plat, mais on note quelques anomalies comme l'escarpement du Niagara. De toutes les zones,

c'est celle du sud de l'Ontario qui présente l'agriculture la plus diversifiée. De vastes superficies sont consacrées à la culture des fruits, des légumes, des céréales et du maïs.

La zone 5 englobe une petite partie du sud du Manitoba. Bien qu'il présente un sol et un climat différents de ceux du sud de l'Ontario, ce secteur est inclus dans la zone 5 eu égard à la délimitation privilégiée aux États-Unis. En outre, certaines cultures, en particulier le maïs, sont pratiquées dans les deux régions. En revanche, contrairement à ce que l'on observe dans le sud de l'Ontario, les sols chernozémiques noirs sur terrain plat dominent dans le sud du Manitoba. Selon la classification climatique de Thornthwaite, le climat est subhumide sec, donc plus sec que celui du sud de l'Ontario.

La **zone du nord du bouclier (zone 5A)** diffère des zones de la vallée du Saint-Laurent et du sud de l'Ontario mais, en conformité avec la classification américaine, demeure étroitement associée à ces dernières. On y trouve de nombreuses enclaves de terres agricoles qui s'étendent du Manitoba jusqu'à la rive nord du golfe du Saint-Laurent. Terre-Neuve est également comprise dans cette zone. Cette région du bouclier canadien est caractérisée par un relief accidenté à vallonné et par des podzols humo-ferriques au potentiel agricole faible ou marginal. L'activité agricole est concentrée dans les inclusions de brunisols et de gleysols disséminées dans la région. Les conditions climatiques varient considérablement à l'échelle de la région, mais, de façon générale, elles sont considérées comme peu propices à l'agriculture. Le foin, les céréales et certaines cultures fruitières spécialisées sont à la base de l'agriculture régionale. L'activité agricole est extrêmement faible à Terre-Neuve, le relief de l'île, montagneux par endroits, étant de façon générale peu propice à l'agriculture. Les sols, les conditions climatiques, la topographie et le peu d'activité agricole distinguent cette région de la Nouvelle-Écosse et de l'État de New York (zone 1 américaine).

L'agriculture de la **zone de la vallée du Saint-Laurent (zone 5B)** est dominée par la production des fruits, des légumes et du maïs, comme celle du sud de l'Ontario. Les zones 5A et 5B se distinguent essentiellement par des différences d'ordre climatologique et pédologique. Dans la région de Montréal, les sols dominants sont des brunisols mélaniques présentant un bon potentiel agricole. En aval, les sols dominants sont des gleysols humiques et des podzol humo-ferriques peu fertiles. Au plan climatique, les principales différences entre la zone de la vallée du Saint-Laurent et la zone 5 sont une période exempte de gel plus brève et des unités thermiques maïs plus faibles.

La **zone de la prairie aride (zone 7)** débute à l'ouest de Regina et atteint presque la frontière de l'Alberta. Les sols dominants sont des sols chernozémiques bruns et brun foncé, avec des inclusions de solonetz bruns et de régosols orthiques. Les conditions sont propices à l'agriculture, malgré certaines limites imposées par un climat sec. Selon la classification de Thornthwaite, le climat de la région est semi-aride à subhumide sec. D'autres indicateurs climatiques importants, tels les degrés-jours, reflètent l'existence de conditions propices à l'agriculture, avec des limites mineures. Le terrain est généralement plat, avec quelques enclaves vallonnées. Les céréales et le foin sont les piliers de

l'agriculture régionale, et les cultures spécialisées pratiquées dans la sous-zone 7A, la zone 5 (Manitoba) ou la zone 14, y sont absentes.

La **zone d'irrigation du sud de l'Alberta (zone 7A)** est une zone « aberrante » en raison des pratiques d'irrigation dont elle fait l'objet. Toutes les bases de données, y compris celles sur les sols et les conditions climatiques, montrent que cette région devrait être incluse dans la zone 7. L'irrigation intense dans la région favorise cependant la culture de nombreux légumes, en particulier le maïs sucré, les pois verts, la betterave sucrière, la pomme de terre et le concombre.

La **zone des montagnes Rocheuses (zone 9)** comprend la région humide de la bordure orientale des montagnes Rocheuses. Le relief est onduleux à montagneux, et les sols sont de nature diverse. Le climat est très variable, passant d'humide à subhumide sec selon la classification de Thornthwaite. On n'y retrouve pas les grandes régions isolées d'activité agricole présentes aux États-Unis. L'activité agricole est confinée à de petites enclaves au sud de la zone. La faible importance statistique de ces enclaves interdit toute caractérisation des domaines de spécialité agricole de la région.

La **zone des terres intérieures arides (zone 11)** englobe la région intérieure aride de la Colombie-Britannique. Le relief montagneux restreint l'activité agricole aux vallées. Le type de cultures varie considérablement en fonction des conditions topographiques, pédologiques et climatiques locales. Les sols dominants sont des sols chernozémiques brun foncé et gris foncé. Le climat varie de subhumide sec à semi-aride, mais divers facteurs comme la durée d'ensoleillement sont propices à l'agriculture dans la région. La nature des cultures varie considérablement d'une région à l'autre. La région de Kamloops, par exemple, produit du foin et des céréales, tandis que la vallée de l'Okanagan se spécialise dans la production de nombreux fruits et légumes.

La **zone du Pacifique (zone 12)** comprend les régions côtières humides de la Colombie-Britannique et l'île de Vancouver. L'agriculture est confinée à la vallée du Fraser et à quelques enclaves dans l'île de Vancouver. Les gleysols humiques sont les sols dominants dans la vallée du Fraser, tandis que les brunisols dystriques dominent dans l'île de Vancouver. La nature montagneuse du paysage est un facteur limitant important pour l'agriculture, mais le climat chaud et humide compense en partie cette lacune.

La **zone du nord des prairies (zone 14)** s'étend dans le nord des Prairies depuis le Manitoba jusqu'à la région de la rivière de la Paix, dans le nord de l'Alberta. L'activité agricole est concentrée dans les secteurs à sols luvisoliques et chernozémiques noirs. Cette zone englobe les sols chernozémiques brun foncé de la zone 7 et les sols solonetziques de la région de la rivière de la Paix. Les indicateurs de potentiel agricole varient d'excellents dans la portion intérieure de la région à marginaux dans les secteurs périphériques, tandis que dans la forêt boréale, les sols sont considérés comme non propices à l'agriculture. La zone 14 est principalement sous l'influence d'un climat continental subhumide sec. Toutefois, d'autres indicateurs climatologiques, p. ex., les

unités thermiques maïs et les degrés-jours varient à l'échelle de la région. La nature des cultures varie considérablement d'un secteur à l'autre. Le canola, l'orge, les pois et la graine de moutarde sont les cultures qui différencient cette zone de la zone 7.

Description géographique des zones sécuritaires dans les régions d'essais au champ

Cette sous-section décrit les régions d'essais au champ comme des zones géographiques sécuritaires. Dans chaque région complexe d'essais au champ, des polygones simplifiés fournissent des repères sous forme de coordonnées (latitude et longitude) et/ou de caractéristiques physiques ou administratives faciles à reconnaître. Les zones sécuritaires sont définies comme des aires se trouvant obligatoirement dans une région d'essais donnée. Voir à l'appendice VI la carte des régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada - Zones sécuritaires.

Zones sécuritaires:

Les zones sécuritaires sont définies comme des aires se trouvant obligatoirement dans une région d'essais donnée. Ces zones sont indiquées sur la carte des régions canadiennes d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada - Zones sécuritaires. Les aires situées à proximité des limites des zones sécuritaires sont appelées zones de transition. Leur superficie varie considérablement d'un endroit à l'autre.

Repérage des sites d'essais dans les régions/zones:

Les cartes imprimées des zones sécuritaires dans les régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites dans chaque province du Canada sont disponibles en couleur (appendice VI) ou en noir et blanc (appendice VII). Utilisées conjointement avec des cartes de référence[1], ces cartes indiquent l'emplacement des sites d'essais au champ sur des cultures à l'intérieur des zones sécuritaires. Des cartes de référence en couleur des régions/zones de culture, superposées aux cartes des divisions de recensement, sont fournies à l'appendice VI. Les demandeurs sont invités à utiliser ces cartes pour choisir un site d'essai dans une région ou une zone donnée et en confirmer l'emplacement dans une zone sécuritaire à l'aide des coordonnées (latitude et longitude) mentionnées dans les paragraphes suivants. Les demandeurs peuvent également utiliser un moniteur à main ou un moniteur SPA (système de positionnement global) pour déterminer les coordonnées de leurs sites d'essai.

Les données sur les résidus recueillies dans le cadre des essais réalisés dans des zones de transition peuvent refléter ou non les tendances observées dans les zones sécuritaires.

---

[1] Classification géographique type : CGT 1991. Volume II, publication autorisée par le ministre responsable de Statistique Canada, nº 12-572 au catalogue, ISBN 0-660-56558-7 (d'autres cartes peuvent être utilisées, p. ex., cartes topographiques).

L'acceptabilité de ces données doit donc être confirmée dans le cadre de l'évaluation des données sur les résidus.

Les demandeurs doivent indiquer l'emplacement et fournir les coordonnées (latitude et longitude) [cg33] de chaque essai au champ en utilisant les cartes en noir et blanc fournies à cette fin à l'appendice VII.

Appalaches (zone 1)
La zone sécuritaire englobe la totalité du Nouveau-Brunswick et la majeure partie du Québec au sud du Saint-Laurent, y compris toute la Gaspésie. La bordure occidentale de la zone s'étend depuis la rive sud du Saint-Laurent, en **1) 47° 8′ 31″N, 70° 20′ 56″W,** jusqu'en **2) 46° 50′ 56″N, 70° 25′ 55″W, 3) 46°31′ 44″N, 71° 11′ 42″W et 4) 46° 1′ 16″N, 71° 12′ 50″W**. Elle atteint la frontière Québec/Vermont en **5) 44° 59′ 17″N, 72° 36′ 47″W**. Au sud, la zone est bordée par la frontière entre le Québec et les États du Vermont, du New Hampshire et du Maine et la province du Nouveau-Brunswick. Au nord, la limite de la zone sécuritaire longe la rive sud du Saint-Laurent jusqu'à la Gaspésie et la Baie des Chaleurs.

Atlantique (zone 1A)
La zone sécuritaire comprend toute la Nouvelle-Écosse (y compris l'île du Cap-Breton) et l'Île-du-Prince-Édouard.

Sud de l'Ontario (zone 5)
La zone sécuritaire du sud de l'Ontario est répartie en deux polygones. L'un de ces polygones se trouve dans le sud du Manitoba, au sud de Winnipeg, tandis que l'autre englobe la majeure partie du sud de l'Ontario, y compris l'île Pelée (lac Érié) et l'île Manitoulin (baie Georgienne).

La limite du polygone de la zone sécuritaire du Manitoba longe au sud la frontière Canada/États-Unis, depuis **1) 49° 00′ 00″N, 98° 5′ 49″W** jusqu'en **2) 49° 00′ 00″N, 96° 46′ 12″W**. Le polygone est également délimité par les points **3) 49° 55′ 44″N, 98° 21′ 50″W** et **4) 50° 8′ 46″N, 96° 46′ 55″W**.

Dans le sud de l'Ontario, la bordure nord du polygone de la zone sécuritaire s'étend depuis la baie Georgienne, en **1) 44° 29′ 10″N, 80° 3′ 32″W**, jusqu'au Saint-Laurent, en **2) 44° 13′ 1″N, 76° 28′ 8″W**. Toutes les régions du sud de l'Ontario situées au sud de cette ligne, y compris la péninsule Bruce, sont également comprises dans ce polygone.

Nord du bouclier (zone 5A)
Le polygone de la zone sécuritaire du nord du bouclier englobe une bonne partie du nord de l'Ontario, le nord du Québec, Terre-Neuve et l'île d'Anticosti, ainsi qu'une petite partie de l'est du Manitoba et l'extrême-sud du Labrador.

Le polygone suit la frontière Ontario/Minnesota, depuis **1) 48° 33′ 58″N, 93° 52′ 12″W**, à la rencontre de la rive nord du lac Supérieur. Au sud, il longe la rive nord du lac Supérieur et les rives du chenal Nord et de la baie Georgienne. Il s'étend vers l'est depuis la rive de la baie Georgienne, en **2) 44° 59′ 35″N, 79° 58′ 55″W**, jusqu'en **3) 44° 31′ 26″N, 76° 32′ 10″W**. Il remonte vers le nord jusqu'à la rivière des Outaouais, en **4) 45° 40′ 5″N, 76° 37′ 26″W**. Au Québec, il se prolonge vers l'est jusqu'à la rive nord du Saint-Laurent, en **5) 47° 39′ 29″N, 70° 6′ 7″W**, qu'il longe jusqu'en un point situé immédiatement à l'est de la frontière du Labrador, en bordure du golfe du Saint-Laurent, en **6) 51° 43′ 12″N, 56° 28′ 55″W**. La limite nord du polygone bifurque vers l'ouest pour traverser le nord du Québec et de l'Ontario, traçant une ligne entre **7) 51° 18′ 29″N, 64° 24′ 14″W, 8) 51° 4′ 55″N, 70° 3′ 4″W, 9) 50° 22′ 1″N, 70° 18′ 54″W, 10) 49° 57′ 11″N, 74° 13′ 48″W, 11) 51° 43′ 19″N, 74° 0′ 14″W, 12) 51° 45′ 36″N, 76° 6′ 47″W, 13) 49° 2′ 56″N, 77° 52′ 55″W, 14) 49° 30′ 4″N, 84° 12′ 25″W**, jusqu'en **15) 52° 1′ 23″N, 95° 41′ 27″W** à l'extrême-ouest. La bordure du polygone, à l'ouest, redescend vers le sud jusqu'en **16) 50° 14′ 6″N, 95° 42′ 32″W**, puis bifurque vers l'est jusqu'en **17) 50° 13′ 34″N, 93° 50′ 46″W**. Le polygone se referme en **1) 48° 33′ 58″N, 93° 52′ 12″W**, à la frontière Ontario/Minnesota.

Vallée du Saint-Laurent (zone 5B)

Le polygone de la zone sécuritaire englobe des parties de l'est de l'Ontario, ainsi que la région de Montréal et une partie de la rive nord du Saint-Laurent et des Cantons de l'Est, au Québec. Le polygone est délimité par les points suivants : **1) 45° 6′ 29″N, 74° 49′ 8″W, 2) 45° 5′ 53″N, 73° 2′ 24″W, 3) 46° 8′ 2″N, 71° 51′ 14″W, 4) 46° 42′ 29″N, 71° 52′ 37″W, 5) 45° 36′ 25″N, 74° 32′ 28″W, 6) 45° 15′ 29″N, 76°4′30″W** et **7) 44° 38′ 46″N, 75° 46′ 8″W**.

Prairie aride (zone 7)

Le polygone de la zone sécuritaire s'étend en Alberta et en Saskatchewan. La bordure méridionale du polygone longe la frontière Canada/États-Unis entre **1) 49° 00′ 00″N, 110° 41′ 46″W** et **2) 49° 00′ 00″N, 102° 58′ 41″W**. Il est également délimité par les points **3) 50° 54′ 29″N, 105° 12′ 58″W, 4) 51° 36′ 18″N, 104° 40′ 12″W, 5) 52° 5′ 38″N, 107° 28′ 30″W, 6) 51° 36′ 18″N, 107° 55′ 37″W, 7) 51° 39′ 40″N, 111° 8′ 46″W, 8) 50° 31′ 55″N, 112° 4′ 5″W, 9) 50° 22′ 52″N, 110° 12′ 18″W, 10) 49° 42′ 11″N, 109° 50′ 49″W** et **1) 49° 37′ 41″N, 110° 36′ 00″W**.

Sud de l'Alberta (zone 7A)

Le polygone de la zone sécuritaire se trouve entièrement en Alberta. Au sud, le polygone longe la frontière Canada/États-Unis entre **1) 49° 00′ 00″N, 112° 12′ 40″W** et **2) 49° 00′ 00″N, 111° 7′ 26″W**. Le polygone s'étend également entre **3) 49° 57′ 50″N, 110° 59′ 42″W** et **4) 50° 2′ 31″N, 112° 22′ 8″W**.

Montagnes Rocheuses (zone 9)

Le polygone de la zone sécuritaire s'étend de part et d'autre de la frontière Alberta/Colombie-Britannique. Au sud, le polygone suit la frontière Canada/États-Unis

entre les points **1) 49° 00′ 00″N, 115° 54′ 47″W** et **2) 49° 00′ 00″N, 114° 24′ 14″W**. Le polygone est également délimité par les points **3) 51° 37′ 48″N, 115° 37′ 1″W, 4) 54° 54′ 22″N, 121° 13′ 34″W, 5) 54° 54′ 22″N, 122° 23′ 38″W** et **6) 51° 31′ 1″N, 116° 24′ 25″W**.

Terres intérieures arides (zone 11)

Le polygone de la zone sécuritaire se trouve entièrement dans les terres intérieures de la Colombie-Britannique. Au sud, le polygone longe la frontière Canada/États-Unis entre **1) 49° 00′ 00″N, 121° 1′ 55″W** et **2) 49° 00′ 00″N, 117° 20′ 24″W**. Le bordure du polygone détermine également une ligne entre les points **3) 51° 16′ 55″N, 117° 28′ 34″W, 4) 53° 16′ 41″N, 121° 34′ 48″W, 5) 55° 34′ 26″N, 124° 21′ 58″W, 6) 54° 15′ 25″N, 126° 37′ 26″W** et **7) 51° 1′ 8″N, 121° 52′ 52″W**.

Pacifique (zone 12)

Le polygone de la zone sécuritaire englobe les îles de la Reine-Charlotte, l'île de Vancouver et les îles Gulf en Colombie-Britannique. La bordure du polygone détermine également une ligne entre les points **1) 55° 25′ 8″N, 127° 44′ 42″W, 2) 53° 34′ 26″N, 127° 48′ 00″W, 3) 51° 51′ 39″N, 125° 34′ 48″W** et **4) 50° 13′ 23″N, 121° 57′ 22″W**. À l'ouest, le polygone est bordé par la côte de la partie continentale de la Colombie-Britannique. Sa bordure débute au sud à la frontière Canada/États-Unis (**49° N**), et remonte vers le nord, le long de la côte, jusqu'en **5) 54° 57′ 7″N, 129° 40′ 8″W**, . Vers l'est, le polygone longe la frontière Canada/États-Unis jusqu'en **6) 121° 57′ 22″W**.

Nord des prairies (zone 14)

La zone du nord des prairies (zone 14) est répartie en deux polygones. Un de ces polygones se trouve entièrement au Manitoba, dans le district compris entre les lacs Winnipeg, Winnipegosis, Manitoba et Dauphin. L'autre polygone s'étend depuis l'Alberta jusqu'au Manitoba. Le périmètre du premier polygone est délimité par les points **1) 53° 3′ 7″N, 99° 12′ 58″W, 2) 51° 48′ 32″N, 98° 4′ 37″W, 3) 51° 47′ 24″N, 97° 27′ 54″W, 4) 50° 26′ 6″N, 97° 13′ 12″W, 5) 50° 14′ 13″N, 97° 47′ 38″W** et **6) 52° 46′ 44″N, 99° 36′ 40″W**.

L'autre polygone, qui couvre une partie de l'Alberta, de la Saskatchewan et du Manitoba, est bordé au sud par la frontière Canada/États-Unis, depuis **1) 49° 00′ 00″N, 112° 35′ 49″W** jusqu'en **2) 49° 00′ 00″N, 113° 37′ 41″W**. en Alberta, et depuis **3) 49° 00′ 00″N, 99° 32′ 24″W** jusqu'en **4) 49° 00′ 00″N, 101° 54′ 11″W**, en Saskatchewan et au Manitoba. Le périmètre de ce polygone détermine également une ligne entre les points **5) 49° 43′ 44″N, 102° 24′ 40″W, 6) 51° 8′ 28″N, 104° 23′ 17″W, 7) 52° 2′ 42″N, 103°35′ 49″W, 8) 52° 41′ 6″N, 107° 58′ 59″W, 9) 52° 27′ 32″N, 111° 38′ 6″W, 10) 50° 23′ 17″N, 113° 17′ 31″W, 11) 51° 7′ 55″N, 99° 32′ 24″W, 12) 52° 50′ 42″N, 101° 25′ 23″W, 13) 54° 1′ 52″N, 101° 5′ 2″W, 14) 54° 00′ 43″N, 101° 52′ 30″W, 15) 53° 26′ 49″N, 103° 27′ 22″W, 16) 54° 57′ 11″N, 116° 17′ 38″W, 17) 58° 18′ 14″N, 115° 41′ 31″W, 18) 58° 29′ 31″N, 118° 24′ 11″W,**

19) 57° 44′ 20″N, 117° 14′ 10″W, 20) 55° 55′ 55″N, 120° 51′ 00″O et
21) 52° 48′ 25″N, 115° 52′ 48″W.

Répartition des essais au champ entre les régions
Les essais au champ (tableau 1, appendice II) ont été répartis entre les régions en fonction des superficies des cultures dans chaque région (Recensement de l'agriculture de 1991). Cette méthode de répartition a donné peu de nombres entiers. En général, on s'est efforcé de répartir les essais dans le plus grand nombre possible de régions, en tenant compte de diverses considérations pratiques. Le nombre d'essais au champ par culture et par région est fourni au tableau 2 (appendice III). Les superficies des cultures dans chaque région sont présentées aux tableaux 3.1 (hectares) et 3.2 (acres) de l'appendice IV.

Les observations faites ci-dessus s'appliquent à la répartition des essais parmi les régions. La répartition des essais multiples dans une région donnée devrait être faite en fonction de la superficie relative de la culture considérée dans chaque zone de culture (province) au sein de cette région. Toutefois, les sites d'essais devraient être suffisamment distants les uns des autres pour refléter la diversité de la région, notamment en ce qui concerne les types de sols. En d'autres mots, les essais ne doivent pas être concentrés dans une petite partie d'une région donnée si la culture y est pratiquée un peu partout.

Afin de faciliter l'examen de la répartition des essais dans et entre les régions, l'Agence invite les demandeurs à indiquer l'emplacement de tous les sites d'essais admissibles (c.-à-d., sites reflétant les utilisations proposées et permettant d'obtenir des échantillons valables) sur la carte des régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et aux États-Unis (appendice VIII). C'est cette carte qui doit être utilisée lorsque les essais proposés chevauchent la frontière Canada/États-Unis à l'intérieur d'une même région.

Lorsque tous les essais doivent être réalisés au Canada, les demandeurs doivent indiquer l'emplacement des essais dans les régions appropriées sur la carte des régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et dans le nord des États-Unis (Appendice VIII) Enfin, la carte des régions d'essais au champ pour les cultures majeures et les cultures sur surfaces réduites au Canada - Zones sécuritaires (Appendice IX) est fournie afin d'aider les demandeurs à déterminer l'emplacement des zones qui se trouvent obligatoirement dans une région donnée.

9.7 Études sur la baisse de la concentration des résidus

Contexte

Selon la définition fournie sur l'étiquette provisoire, le délai d'attente avant la récolte désigne la période qui doit s'écouler entre la dernière application d'une substance agrochimique et :

- la récolte des plants;

- la mise en pâturage (ce délai est parfois appelé délai d'attente avant le pâturage) ou la récolte du fourrage destiné à l'alimentation animale.

Cette période est appelée délai d'attente.

Objectifs

Les concentrations de résidus finaux peuvent augmenter ou diminuer après les traitements dans les parties comestibles des plants. Les études visant à quantifier ces fluctuations sont appelées études sur la baisse de la concentration des résidus.

La diminution du dépôt d'une substance agrochimique est attribuable à un ou plusieurs des facteurs suivants :

- élimination physique (p. ex., pluie, vent, volatilisation);
- dégradation chimique ou photolytique ou métabolisme dans ou sur la plante;
- baisse apparente par dilution résultant de la croissance des plants.

Les études sur la baisse de la concentration sont particulièrement utiles dans la mesure où elles permettent d'évaluer l'importance relative de ces facteurs, en particulier lorsqu'une bonne proportion de la partie comestible de la plante est déjà formée au moment de l'application du pesticide ou lorsque des substances agrochimiques volatiles ou systémiques sont appliquées au sol.

Le délai d'attente est l'information qui permet à l'utilisateur de s'assurer que les concentrations de résidus dans les denrées traitées ne dépassent pas la LMR prescrite. Les demandeurs doivent démontrer, données à l'appui, que les concentrations de résidus ne dépasseront pas la LMR si le délai d'attente est respecté. Les études sur les résidus effectuées dans le cadre des essais contrôlés au champ doivent donc confirmer que les concentrations de résidus sont acceptables compte tenu du délai d'attente prévu.

L'obtention des données sur la baisse de la concentration des résidus doit se faire conformément aux principes suivants :

- Pour les cultures de pâture ou les mauvaises récoltes, les échantillons de résidus doivent être prélevés :
  - le plus rapidement possible après le traitement, lorsque le matériel végétal est présent en quantité suffisante;
  - dès l'expiration du délai d'attente proposé (dès que les animaux peuvent être autorisés à brouter);

- à au moins un moment entre les deux séances d'échantillonnage susmentionnées (à moins que celles-ci coïncident);

- à au moins un moment après l'expiration du délai d'attente proposé.

- Pour les cultures non destinées au pâturage ou celles qui n'ont pas donné de mauvais résultats, les principes suivants s'ajoutent aux règles précitées :

  - le calendrier d'échantillonnage doit être établi en considération de facteurs tels que la persistance de la substance agrochimique utilisée, son métabolisme dans la plante, son mode de translocation et son mode d'utilisation. Il importe encore davantage de vérifier si la présence de résidus en concentrations mesurables au moment de la récolte peut avoir des répercussions sur la vente.

  - L'échantillonnage pourrait être effectué 1, 3, 5, 7, 14 et 28 jours après l'application, lorsque les traitements chimiques ont lieu à la fin de la saison de croissance. Pour les utilisations qui engendrent des concentrations mesurables de résidus, les demandeurs doivent s'efforcer d'étaler la période de récolte en récoltant des fruits, des tubercules, etc., qui n'ont pas encore atteint leur pleine maturité, si nécessaire.

  - Lorsque l'application est effectuée au début de la saison de croissance, les échantillons doivent être prélevés à l'expiration du délai d'attente et sept jours avant et après cette date. Par exemple, si le délai proposé est de trente jours, les échantillonnages doivent être effectués 23, 30 et 37 jours après le traitement.

  - L'obligation de démontrer que les concentrations de résidus passent sous le seuil de détection, s'applique uniquement aux principaux produits d'exportation (p. ex., grains).

Les demandeurs doivent proposer un délai d'attente avant la récolte pour les produits primaires ainsi qu'un délai d'attente pour les cultures de pâture, le cas échéant.

Les données sur la baisse de la concentration des résidus sont requises dans les cas suivants : 1) la partie de la plante destinée à la consommation est déjà formée au moment de l'application de la substance agrochimique; ou 2) il est clair que des concentrations mesurables de résidus pourraient se retrouver sur des denrées destinées à l'alimentation humaine ou animale à une date correspondant exactement ou approximativement à la date de récolte la plus hâtive, ou encore 3) le délai d'attente proposé est ≤ 14 jours.

Buts

Le but premier de ces études est de suivre dans le temps le comportement des résidus dans les cultures traitées. Sont considérés comme préoccupants les résidus dont les

concentrations augmentent avec le temps après le traitement. Une attention particulière doit être accordée aux concentrations au moment de la récolte et aux concentrations dans les produits agricoles entreposés, ainsi qu'à l'évaluation de la demi-vie des résidus.

Nombre requis d'études sur la baisse de la concentration des résidus

Il n'est pas nécessaire de produire des études sur la baisse de la concentration des résidus dans le cas de cultures faisant l'objet d'au plus trois essais si le délai d'attente est supérieur à 14 jours (voir le diagramme ci-dessous). Le nombre requis d'études sur la baisse de la concentration des résidus est de un pour les cultures qui nécessitent entre 5 et 12 essais, et de deux pour celles qui doivent faire l'objet de 16 à 20 essais. Dans un cas comme dans l'autre, ces études sont réalisées dans le cadre de ces essais.

Des informations additionnelles sur les études sur la baisse de la concentration des résidus requises aux fins de l'homologation provinciale sont présentées à l'annexe II de l'appendice V.

Plan

- Calendrier d'échantillonnage

Les demandeurs doivent préciser dans le plan des études sur la baisse de la concentration des résidus les dates des trois à cinq séances d'échantillonnage ainsi que le délai d'attente requis. Tous les échantillonnages doivent avoir lieu au moment où les plants ont atteint le stade approprié pour la récolte. Ils doivent être réalisés selon un intervalle le plus régulier possible et correspondre dans la mesure du possible à des délais d'attente plus courts et plus longs que ceux requis. L'ARLA désapprouve l'adoption d'un délai d'attente de 0 jour. Toutefois, si un tel délai est adopté, des données sur la baisse de la concentration des résidus devraient être recueillies 1, 2 et 3 jours après le traitement. En outre, en cas d'utilisation au moment de la plantation ou avant la plantation, le délai est généralement préétabli en fonction de la durée de la saison de croissance de la culture, et il doit figurer sur l'étiquette.

Échantillons

Pour les études sur la baisse de la concentration des résidus, un seul échantillon composé est requis par séance d'échantillonnage (se reporter aux *Lignes directrices du Codex relatives à la taille minimale des échantillons de produits agricoles devant être prélevés dans le cadre des essais contrôlés au champ aux fins du dosage des résidus*, ALINORM 87/24A, 1987, annexe I, appendice I). Toutefois, l'ARLA recommande aux demandeurs de prélever au moins deux échantillons, car la variabilité due à la méthodologie et à l'échantillonnage peut occulter les fluctuations dans le temps des concentrations de résidus ou les amplifier, selon le cas.

Considérations relatives aux cultures

Avec la majorité des substances agrochimiques, il ne sera pas nécessaire de procéder à des études sur la baisse de la concentration des résidus sur toutes les cultures.

- Avec une substance agrochimique donnée, aucune étude additionnelle sur la baisse de la concentration des résidus, pour un groupe de cultures, n'est requise si les études effectuées dans des cultures représentatives de ce groupe indiquent que l'allongement du délai d'attente avant la récolte n'entraîne pas de hausse des concentrations de résidus. En pareil cas, on peut présumer que les LMR correspondent aux concentrations maximales de résidus engendrées par les utilisations proposées ou homologuées de la substance agrochimique à l'étude. L'approche des cultures représentatives est décrite dans la section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage* (voir la référence n° 7, en 5.3.2).

- Pour les substances agrochimiques destinées à être utilisés sur tous les types de cultures, il faut recueillir des données sur les concentrations des résidus dans les cinq types de cultures représentatives suivants : un arbre fruitier, une plante-racine, un légume-feuille, une céréale, un légume-fruit. Une certaine souplesse dans le choix des cultures est tolérée. Ainsi peut-on substituer une légumineuse à un légume-fruit. Cependant, la culture de remplacement doit être choisie dans les cultures représentatives des groupes de cultures mentionnés à la section 15, *Groupes de cultures*.

9.8 Utilisations n'engendrant aucun dépôt quantifiable de résidus

Les demandeurs peuvent réduire de 25 % le nombre d'essais requis pour les cultures nécessitant normalement ≥8 essais si les données sur le métabolisme ou les données recueillies dans le cadre des essais au champ dans des cultures apparentées démontrent que le risque de dépôt quantifiable est faible.

Conditions

Le nombre d'essais au champ peut être réduit de 25 % si les quatre conditions suivantes sont satisfaites :

i) Tous les essais démontrent que les concentrations de résidus sont inférieures à la LQ de la méthode. À noter que, dans le cas contraire, il faut réaliser une série complète d'essais.

ii) La LQ de la méthode est suffisamment basse tant pour les analyses que pour l'évaluation des risques. Dans la majorité des cas, elle doit se situer dans la plage ≤0,01-0,05 partie par million.

iii) Les essais sont effectués dans toutes les principales régions productrices. Des renseignements plus détaillés sur la façon de répartir les essais entre les régions ont déjà été fournis dans la sous-section 9.6 de la présente section.

iv) Le nombre d'essais n'a pas été déjà réduit antérieurement, c.-à-d. 25 % pour une culture majeure d'un groupe de cultures.

Considérations relatives aux cultures

- Comme on l'a expliqué précédemment, la réduction de 25 % du nombre d'essais qui est autorisée lorsque les concentrations de résidus sont inférieures à la LQ ne s'applique pas aux substances utilisées pour établir les LMR des groupes de cultures.

- En outre, elle ne s'applique pas aux cultures nécessitant ≤ 5 essais au champ.

- Pour les cultures qui fournissent plus d'un PAB, la réduction de 25 % prévue dans le cas où les concentrations de résidus sont inférieures à la LQ peut s'appliquer à un produit agricole même si les autres produits renferment des concentrations de résidus quantifiables. Par exemple, si une substance agrochimique est appliquée sur de jeunes plants de maïs, l'ensilage renferme des résidus, mais pas le grain. En pareilles circonstances, le nombre d'essais requis pour le grain peut être réduit de 12 (nombre normalement requis) à 9. Ceci ne signifie pas que chaque partie d'une plante donnée doit faire l'objet d'essais distincts. En d'autres mots, des échantillons de grain et d'ensilage doivent être prélevés dans chaque site d'essai. Si aucun résidu n'est détecté dans les échantillons de grain prélevés dans neuf sites représentatifs distincts, il n'est pas nécessaire d'analyser le grain provenant des autres sites.

Les demandeurs qui souhaitent se prévaloir de cette option doivent présenter des chromatogrammes et des données établissant la LQ de la méthode. Se reporter à la section 3, *Méthode d'analyse des résidus*. (Voir la référence nº 5). Des définitions de limite de quantification et de seuil de détection sont fournies dans *Principles of Environmental Analysis, Analytical Chemistry,* 1983, 55, p. 2210-2218. Voir la référence nº 4.

9.9 Utilisations en début de saison sur les cultures annuelles

Traitements de pré-levée

Sur l'étiquette de nombreuses substances agrochimiques, il est indiqué que les applications peuvent être réalisées avant la plantation, au moment de la plantation ou avant la levée. Ces trois types d'application peuvent être regroupés aux fins de la détermination du nombre total d'essais à effectuer au champ. En d'autres mots, les demandeurs peuvent répartir comme ils l'entendent le nombre total d'essais requis pour une culture donnée entre ces trois types d'application. Par exemple, pour le maïs cultivé pour le grain, le nombre total d'essais requis s'élève à 12. Dans ce cas, trois essais

pourraient être effectués avant la plantation, 3 au moment de la plantation et les 6 autres, avant la levée des plants (viendront s'ajouter plus tard les traitements de post-levée prévus aux doses et au nombre maximaux-- voir le dernier paragraphe de la présente sous-section).

Épandages en surface ou en incorporation

Il est souvent mentionné sur l'étiquette qu'une substance agrochimique peut être appliquée à la surface du sol ou incorporée dans le sol. En pareil cas, les demandeurs doivent soumettre des données pour ces deux types d'applications. Deux options s'offrent à eux en ce qui concerne la façon de déterminer le nombre d'essais requis et de réaliser ces essais : l'option préférée, et l'option de rechange.

Option préférée

Selon cette option, chaque essai inclut les épandages en surface et en incorporation dans des parcelles contiguës. Un seul échantillon traité composé est requis par parcelle. Le nombre minimal d'essais à réaliser est indiqué au tableau 1 (appendice II). Le nombre total d'échantillons à prélever est identique à celui qui est exigé pour la majorité des autres utilisations dans la même culture. Reprenons, aux fins de la présente discussion, l'exemple du maïs cultivé pour le grain. Dans ce cas, au moins 12 essais sont requis, chacun prévoyant le prélèvement de deux échantillons (un pour l'application en surface, l'autre pour l'incorporation). Comme il a déjà été mentionné, ces 12 essais peuvent être répartis dans le temps (avant la plantation, au moment de la plantation et avant la levée) si toutes ces utilisations sont autorisées sur l'étiquette.

Option de remplacement

L'option de remplacement consiste à répartir à peu près également le nombre total d'essais indiqué au tableau 1 (appendice II) (sous réserve de la note présentée ci-dessous) en deux groupes, l'un visant uniquement les applications en surface et l'autre, les traitements par incorporation). Deux échantillons traités composés doivent être prélevés à chaque essai. Comme les essais pour chaque mode d'application doivent être réalisés dans un nombre suffisant d'endroits représentatifs distincts, il peut être nécessaire d'accroître le nombre d'essais pour les cultures présentant une ou plusieurs régions nécessitant normalement un seul essai. Pour le canola, par exemple, Il faudrait prévoir au moins deux essais de plus (16+2=18 essais) puisque dans les régions 5 et 7 (lesquelles nécessitent normalement un seul essai),il faudrait en prévoir deux supplémentaires, un pour l'application en surface, l'autre pour le traitement par incorporation. Si l'option préférée était privilégiée, un seul essai suffirait pour chacune de ces régions.

Traitements de prélevée ou traitements de postlevée

Particu!ièrement dans le cas des herbicides, il peut être spécifié sur l'étiquette que les traitements peuvent être effectués aussi bien avant qu'après la levée. Si les deux utilisations sont permises, tous les essais au champ doivent inclure les deux types

d'application. Les dates de levée s'appliquent aux cultures, non pas aux mauvaises herbes. Dans le cas où un seul type d'application est autorisé, le nombre d'essais doit correspondre au nombre indiqué au tableau 1 (appendice II) pour ce type d'application. Toutefois, le nombre total d'essais peut être réduit de 25 % si certaines études comparatives sur des parcelles contiguës démontrent que les deux types d'application produisent des résultats similaires. Si tel est le cas, le nombre total d'essais n'est requis que pour le type d'application engendrant constamment les plus fortes concentrations de résidus. À noter que sur certaines étiquettes, les temps d'application sont parfois précisés en fonction des dates de levée des mauvaises herbes. Les termes pré-levée et post-levée sont utilisés dans le présent paragraphe uniquement dans le contexte de cultures destinées à l'alimentation humaine ou animale.

9.10 Formulations

À la sous-section 9.4, *Nombre d'essais requis au champ selon le type de culture*, il est mentionné que le nombre d'essais requis, indiqué par le tableau 1 s'applique uniquement aux fins de l'homologation d'un seul type de formulation destiné à être utilisé sur une culture donnée. Le nombre d'essais requis pour l'homologation de plus d'un type ou classe de formulations est établi sur la base d'un examen au cas par cas. Pour certains nouveaux types de formulations, le nombre maximal d'essais peut être requis, tandis que pour d'autres, l'homologation peut être accordée sur présentation des résultats de seulement quelques études complémentaires ou sans même que le demandeur ait eu à effectuer un seul essai. La décision dépend du degré de similitude entre les formulations, de la composition et des propriétés physiques, ainsi que du type et du moment de l'application. Des renseignements additionnels sont présentés ci-dessous.

Formulations microencapsulées ou à libération lente

Le nombre maximal d'essais au champ est habituellement requis pour les formulations microencapsulées ou à libération lente. Comme ces substances libèrent leur matière active lentement, le nombre d'essais est identique à celui qui est requis pour l'obtention d'une LMR originale, peu importe le moment ou le type d'application ou encore la somme de données disponibles concernant d'autres classes de formulations.

Autres types de formulations

La plupart des autres types de formulations peuvent être séparés en deux groupes, selon qu'ils sont dilués dans l'eau avant l'application ou appliqués tels quels. Les granulés et les poudres sont les exemples les plus fréquents de formulations appliquées sous une forme non diluée.

Formulations granulées

Pour les formulations granulées, le nombre maximal d'essais est habituellement requis, peu importe la somme de données disponibles sur d'autres classes de formulations. On a en effet observé à plusieurs reprises des différences appréciables au plan de l'assimilation

des résidus entre les formulations granulées et d'autres formulations renfermant la même matière active.

Aucune donnée sur les résidus n'est requise pour les poudres si l'on dispose déjà de données pour une formulation appliquée sous forme de liquide, de poudre mouillable (PM) ou de concentré émulsionnable (CE) à la même dose et au même délai d'attente.

Formulations diluées

Parmi les principaux types de formulations qui doivent être dilués dans l'eau avant leur application, mentionnons les CE, les PM, les granulés dispersables dans l'eau (GD) ou les pâtes granulées (PG), les concentrés fluidifiables (CF) et les concentrés solubles (liquides ou solides) (CSL, CSS). Les données sur les résidus produits par une classe de formulation peuvent être transposées à une autre classe de formulation si les applications sont réalisées avant la levée, c.-à-d. avant ou au moment de la plantation ou avant la levée, immédiatement après ou encore si elles sont effectuées directement dans le sol (par opposition aux applications foliaires).

Applications foliaires

Pour les applications foliaires des types de formulations énumérés au paragraphe précédent, effectuées au milieu ou à la fin de la saison, il existe trois options :

i) La demande d'homologation du nouveau type de formulation peut être considérée comme une demande d'homologation modifiée (voir la sous-section 9.12, *Homologations modifiées*). Dans ce cas, le nombre d'essais est réduit de 25 % par rapport au nombre requis pour la classe de formulation utilisée pour obtenir la LMR originale.

ii) Des études comparatives (ou complémentaires) peuvent être réalisées. Cette option prévoit l'application de la formulation homologuée. c.-à-d. de la formulation utilisée pour obtenir la LMR et de la nouvelle formulation, dans des parcelles contiguës, aux même doses et selon les mêmes délais d'attente.

Si le dépôt de résidus produit par la nouvelle formulation est comparable ou inférieur à celui engendré par la formulation homologuée, la nouvelle formulation est homologuée.

Si le dépôt de résidus engendré par la nouvelle formulation est supérieur à celui produit par la formulation homologuée, le nombre total d'essais indiqué au tableau 1 (appendice II) doit être effectué de manière à permettre l'établissement de la LMR maximale requise aux fins de l'homologation de la nouvelle formulation.

Le nombre exact, requis d'études comparatives sur des parcelles contiguës est déterminé au cas par cas. Une approche dite par cultures représentatives peut être

adoptée si la nouvelle formulation est destinée à être utilisée dans un grand nombre de cultures. Les demandeurs sont dans ce cas invités à soumettre les protocoles décrivant les cultures visées et les sites prévus pour les études complémentaires.

iii) On peut réduire de moitié le nombre total d'essais au champ (jusqu'à un minimum de 2 essais), à condition de conserver le même nombre d'échantillons (il faut alors doubler le nombre initial de parcelles et d'échantillons par site). Si le nombre total d'essais au champ est un chiffre impair, il faut arrondir le nombre réduit à l'unité supérieure la plus proche.

Homologation de deux ou de plusieurs classes de formulations

La sous-section sur les applications foliaires précise les exigences relatives aux données à recueillir aux fins de l'homologation d'un nouveau type de formulation, dans le cas où une formulation homologuée existe déjà. Si un demandeur souhaite faire homologuer deux ou plusieurs classes de formulations au moment de l'obtention de la LMR et de l'homologation initiales, le même principe de base s'applique. Il doit alors effectuer tous les essais prévus au tableau 1 (appendice II) pour un type de formulation et, pour les autres classes de formulations, se conformer aux dispositions prévues pour les homologations modifiées, c.-à-d. une réduction de 25 % du nombre d'essais par rapport au nombre d'essais requis pour la première formulation, ou comparer ces formulations au type de formulation original dans le cadre d'études en parallèle.

Renseignements additionnels

Quelques précisions additionnelles s'imposent concernant les données exigées aux fins de l'homologation des formulations.

- En raison de la similitude entre les poudres mouillables et les granulés dispersables dans l'eau ou les pâtes granulées, les données sur les résidus peuvent être transposées d'un type de formulation à l'autre. Il n'est pas nécessaire de recueillir des données sur les résidus pour une formulation, ordinairement une poudre mouillable, placée dans un sac soluble dans l'eau si l'on dispose déjà de données adéquates pour une formulation non ensachée.

- Certaines substances agrochimiques tels que des herbicides de type phénoxy peuvent être appliquées sous forme d'un ou de plusieurs sels et/ou esters. En général, les différents sels ou esters d'une matière active peuvent être considérés comme de nouvelles formulations de cette matière active aux fins de la détermination du nombre requis d'essais au champ. En d'autres mots, la demande d'homologation de ce nouveau sel peut être considérée comme une demande d'homologation modifiée (auquel cas le nombre d'essais peut être réduit de 25 % par rapport au nombre d'essais requis pour la première formulation), ou ce nouveau sel peut être comparé à la formulation homologuée de cette matière active dans le cadre d'études en parallèle.

9.11 Volumes appliqués - équipement d'épandage au sol ou de pulvérisation aérienne

Lorsqu'il est spécifié sur l'étiquette d'une substance agrochimique que les applications aériennes doivent être effectuées après dilution dans au moins 20 litres d'eau par hectare ou 2 gallons par acre, ou encore, pour les arbres ou les vergers, dans 95 litres par hectare ou 10 gallons par acre, le demandeur peut être exempté d'effectuer des essais au champ pour les applications aériennes s'il dispose de suffisamment de données obtenues dans le cadre d'applications au sol effectuées dans des conditions comparables (dose, nombre d'applications et délai d'attente avant la récolte). Cette exemption ne s'applique pas aux pulvérisations aériennes de formulations diluées dans une substance autre que l'eau comme des huiles végétales. En outre, l'Agence se réserve le droit d'exiger des données sur les applications aériennes si des circonstances spéciales le justifient.

Considérant les précisions énoncées ci-dessus, il y a quelques cas seulement où le nombre d'essais au champ dépend des doses ou du type d'équipement, du moins en ce qui concerne l'épandage au sol par opposition à la pulvérisation aérienne, mentionnés sur l'étiquette. Les deux exceptions suivantes méritent toutefois d'être signalées :

Pulvérisations à ultra bas volume

Les pulvérisations à ultra bas volume (UBV) (<20 litres de solution par hectare ou 2 gallons par acre ou, pour les vergers, 95 litres par hectare ou 10 gallons par acre) effectuées au milieu ou à la fin de la saison sont considérées comme des utilisations distinctes, peu importe la nature du diluant employé (eau, huile végétale, etc.). Elles nécessitent la collecte de données sur les résidus obtenues dans le cadre de l'application de la substance à l'étude au moyen de cette technique.

Si la pulvérisation UBV est la première utilisation sur la culture, c.-à-d. l'utilisation non homologuée, le nombre minimal d'essais au champ requis doit être égal au nombre indiqué au tableau 1 (appendice II).

Si des données ont déjà été obtenues pour des doses plus élevées, deux options sont possibles :

i) L'application UBV peut être considérée comme une homologation modifiée, auquel cas le nombre d'essais peut être réduit de 25 % par rapport au nombre indiqué dans le tableau 1 (appendice II), si ces essais démontrent que la LMR existante est adéquate. Se reporter à la sous-section 9.12 sur les homologations modifiées).

ii) Des études comparatives dans des parcelles contiguës peuvent être effectuées.

Les demandeurs doivent alors démontrer, en s'appuyant sur les résultats d'études comparatives, que les concentrations de résidus engendrées par les pulvérisations

UBV sont semblables ou inférieures à celles produites par des pulvérisations effectuées à des doses plus élevées.

Dans le cas contraire, le nombre d'essais requis pour cette utilisation correspond au nombre total d'essais indiqué au tableau 1 (appendice II).

Espaces soumis à des fumigations

Outre les fumigations effectuées dans les conditions d'utilisation proposées, il est souhaitable de pratiquer des traitements à des doses exagérées. Les études doivent refléter adéquatement les divers traitements, notamment d'aliments huileux comme les arachides et le beurre, d'aliments présentant une très grande surface de contact comme la farine, de grands et de petits fruits comme les grains, et de tubercules tels que la pomme de terre, ainsi que de divers types d'emballages admissibles en vertu du mode d'utilisation prescrit. Les études doivent refléter l'effet sur les concentrations résiduelles de paramètres comme la durée d'exposition, la dose, la méthode d'application, la température, la pression, la géométrie et l'étanchéité du contenant. L'effet de la durée et de la méthode d'aération sur la réduction de la concentration des résidus doit être établi.

Traitement des vergers

Pour le traitement des vergers, les pulvérisations de formulations diluées, ordinairement réalisées à raison de 950 à 3 750 litres par hectare ou 100 à 400 gallons par acre, et les pulvérisations de formulations concentrées, ordinairement réalisées à raison de 190 à 950 litres par hectare ou 20 à 100 gallons par acre, sont considérées comme étant des utilisations distinctes. Le nombre d'essais requis varie en fonction de l'option choisie, de la même façon que pour l'épandage en surface ou en incorporation. Se reporter à la sous-section 9.9 - *Utilisations en début de saison sur les cultures annuelles*.

Option préférée

Si tous les sites d'essai comportent des parcelles contiguës, c.-à-d. pour la pulvérisation de formulations diluées ou de formulations concentrées, le nombre d'essais requis doit être égal au nombre indiqué au tableau 1 (appendice II), et le nombre d'échantillons composés de cultures traitées par parcelle peut être réduit de deux (nombre normalement requis) à un.

Option de remplacement

Le demandeur peut répartir de façon sensiblement égale le nombre total d'essais entre les deux types de pulvérisation (formulation diluée ou concentrée), à condition de maintenir un niveau de représentativité géographique suffisant pour chaque type de pulvérisation. Dans ce cas, il doit prélever deux échantillons composés de cultures traitées dans chaque site; le nombre total d'essais requis peut dépasser le nombre indiqué au tableau 1 (appendice II). Si une ou plusieurs régions nécessitent seulement une étude, alors il en

faudrait deux, soit une pour chaque type de traitement. Se reporter à l'exemple du canola présenté à la sous-section 9.9 *Utilisations en début de saison sur des cultures annuelles*.

Si l'utilisation de la formulation est déjà approuvée sous une forme ou l'autre (diluée ou concentrée) dans les vergers, la demande visant à ajouter l'autre utilisation sur l'étiquette conduit à l'une ou à l'autre des options suivantes :

i) la demande est considérée comme une demande d'homologation modifiée. Dans ce cas, le nombre d'essais peut être réduit de 25 % par rapport au nombre indiqué au tableau 1 (appendice II) (se reporter à la sous-section 9.12 sur les homologations modifiées); OU

ii) une série d'études comparatives doit montrer que les concentrations de résidus engendrées par l'utilisation visée par la demande d'homologation ne dépassent pas celles produites par l'utilisation déjà homologuée. Le nombre exact d'études à réaliser correspond alors à la moitié du nombre indiqué au tableau 1 (Appendice II), pour un nombre minimal de deux. Les demandeurs sont invités à soumettre des protocoles précisant l'emplacement et le nombre de sites choisis.

Enfin, l'Agence considère la chimigation, ou irrigation chimique (application d'une substance agrochimique par injection dans l'eau d'irrigation), comme une forme d'épandage au sol utilisant des volumes très importants. Dans ce cas, le demandeur n'est pas tenu de recueillir des données sur la chimigation s'il dispose déjà de données sur les volumes couramment utilisés dans le cadre des épandages au sol.

9.12 Homologations modifiées

Pour les demandes d'homologation modifiée prévoyant un écart de l'ordre de 20 % pour n'importe quel élément des bpa (homologation proposée)(sauf s'il a un effet marqué sur les résidus), p. ex., dans le taux d'application (saisonnier ou de l'une ou d'une autre de plusieurs applications), dans l'intervalle entre les applications ou dans le délai d'attente avant la récolte, le nombre d'essais requis est établi comme suit :

i) Le nombre d'essais au champ requis est normalement réduit de 25 % par rapport au nombre normalement requis aux fins de l'établissement d'une LMR initiale si les essais démontrent que cette LMR convient pour la nouvelle utilisation proposée.

ii) Le nombre d'essais requis aux fins de l'homologation modifiée est le même que celui exigé pour l'établissement d'une LMR initiale si le nombre réduit d'essais démontre que la LMR initiale ne convient plus, ou si le nombre d'essais normalement prévu est ≤ 5 (voir le diagramme de l'annexe V) ou a déjà fait l'objet d'une réduction de 25 % (groupe de cultures ou concentrations de résidus<LQ).

Dans certains cas, l'Agence peut réduire ses exigences par rapport aux indications fournies ci-dessus. Cette situation peut se présenter notamment dans le cas où des études sur la baisse de la concentration des résidus reflétant des modifications proposées au délai d'attente avant la récolte sont disponibles. Dans certains cas, par exemple, lorsque la demande prévoit une réduction de la dose pour une utilisation qui n'engendre aucun dépôt mesurable de résidus, aucune donnée additionnelle n'est requise.

9.13 Exigences aux fins de l'homologation provinciale

Les instructions fournies dans les sous-sections précédentes sur la manière de déterminer le nombre requis d'essais au champ s'appliquent à l'homologation nationale des substances agrochimiques. Toutefois, comme l'Agence reconnaît l'homologation provinciale* dans certaines circonstances, des directives particulières sur cette question ont été élaborées (annexe II, appendice V). Cette annexe expose également les exigences relatives aux essais au champ qui s'appliquent dans les provinces. De façon sommaire, le principe de base décrit à l'annexe II (appendice V) peut s'énoncer comme suit : le nombre d'essais au champ requis aux fins de l'homologation provinciale se calcule en multipliant le nombre d'essais requis aux fins de l'homologation nationale par la fraction de la superficie nationale de cette culture (exprimée en hectares ou en acres) que prend la province visée par la demande. Toutefois, le nombre d'essais requis ne doit jamais être inférieur à deux, peu importe la superficie de la culture dans la province visée par la demande.

Dans une province qui comporte plus d'une région de culture, les essais requis doivent être répartis entre les régions de culture approximativement au prorata du nombre de régions de culture à l'échelle nationale.

9.14 Présentation des résultats

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminairee sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

La présente section décrit de quelle façon et dans quel ordre les données d'un rapport doivent être présentées :

9.14.1 Présentation des résultats - Essais au champ sur des cultures

Intention

i) Les essais au champ sur des cultures fournissent les données sur la chimie des résidus nous renseignant sur leur abondance dans ou sur des PAB. Ces essais servent à établir la validité des demandes d'homologation pour tout pesticide mis

* L'homologation provinciale peut inclure tout sous-ensemble des provinces ou des territoires.

au point en fonction de cultures destinées à la consommation humaine ou animale. L'Agence applique ces données à l'estimation de l'exposition de la population en général à des résidus de pesticides sur les aliments, ainsi qu'à l'établissement et à la *mise en application de doses maximales admissibles* relativement à la teneur en résidus de pesticides dans ou sur des denrées agroalimentaires destinées à la consommation humaine ou animale.

ii) Les données sur la chimie des résidus servent également à établir l'efficacité d'une ou de plusieurs méthodes de vérification du respect des doses maximales admissibles fixées.

iii) Les Lignes directrices 97.1, *Identification des produits chimiques*, à 97.10, *Aliments transformés destinés à la consommation humaine ou animale*, ainsi que les Directives pour les essais de résidus de pesticides, qui ont été élaborées sous les auspices du Comité sur les résidus de pesticides du *Codex alimentarius* (Bulletin phytosanitaire de la FAO, 29:1/2, 1981, p. 12-27) renseignent les demandeurs et les titulaires d'homologation sur la réalisation d'essais au champ sur des cultures.

Objectif

i) Les présentes lignes directrices ont été rédigées pour aider les demandeurs d'homologation à produire des rapports compatibles avec le processus d'examen de l'ARLA. Il n'est pas obligatoire de s'y conformer, mais les demandeurs sont encouragés à déposer des rapports complets que l'Agence peut examiner de manière efficace.

ii) L'Agence sait que certaines sections de ces lignes directrices ne s'appliquent pas à tous les cas. Par conséquent, les demandeurs doivent se fonder sur une démarche scientifique lorsqu'ils décident quelles parties se rapportent aux données qu'ils présentent.

iii) Les présentes lignes directrices ont été rédigées en vue de permettre aux demandeurs de structurer leurs données de manière à simplifier leur examen par l'ARLA.

iv) Le rapport fourni par le demandeur, pour des essais au champ sur un PAB, doit comprendre tous les renseignements nécessaires à une description complète et précise de ce qui suit : méthodes et traitements appliqués au champ; échantillonnage, (récolte), manutention, transport et entreposage de PAB; validation de la stabilité à l'entreposage ou références à cet effet; composés chimiques initiaux et métabolites d'importance toxicologique dans les tissus de plantes; analyses de résidus dans des échantillons prélevés au champ en vue de trouver les résidus préoccupants, notamment des composés individuels d'importance toxicologique; validation, c.-à-d. des études d'extraction chimique,

des méthodes d'analyse des résidus; de la présentation de données et des analyses statistiques; mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour s'assurer de l'exécution rigoureuse de ces opérations.

Présentation des données

Les passages suivants décrivent l'organisation et la présentation souhaitées des rapports.

i) Page de couverture. La page titre et les exigences documentaires additionnelles, c.-à-d. les exigences relatives à la présentation des données et revendications en matière de non divulgation de données confidentielles, le cas échéant, doivent précéder le contenu de l'étude qui lui-même doit être présenté conformément aux instructions fournies ci-dessous.

ii) Table des matières. La table des matières doit donner une idée de l'organisation générale du document, notamment des tableaux et des figures.

iii) Sommaire/introduction

A) But de l'étude.

B) Résultats; cela comprend notamment l'explication de valeurs apparemment aberrantes ou atypiques et une analyse de la répartition géographique, c-à-d. selon les grandes régions agricoles, ainsi que l'explication des variations saisonnières, p. ex., été/hiver, temps sec/temps pluvieux, etc., et de la représentativité des types et variétés dont est dérivé le PAB.

C) Méthodes employées au champ.

D) Méthodes d'analyse et instrumentation.

E) Données de validation de la méthode d'extraction.

F) Stabilité à l'entreposage.

G) Analyse, traitant notamment des mesures de contrôle de la qualité adoptées; du traitement statistique des données; des renseignements sur la teneur en résidus préoccupants, dont tout composé individuel d'importance toxicologique sur ou dans le PAB, c-à-d. sur ou dans des parties précises de plantes, issus de l'application de la formulation du produit antiparasitaire à une culture d'essai dans des conditions d'emploi spécifiques. On doit aussi établir une corrélation entre les résultats et l'étude de stabilité à l'entreposage.

H) Conclusions.

iv) Tableaux portant des données et autres représentations graphiques.

A) Carte d'ensemble montrant les régions du Canada (se reporter à l'appendice VII). Le cas échéant, inclure les sites d'essai au champ sur des cultures (par culture) à l'extérieur des É.-U.

B) Tableaux récapitulatifs des résultats d'analyse des résidus dans le cadre d'essais individuels au champ.

C) Représentations graphiques, p. ex., baisse de la concentration des résidus, figures, diagrammes, etc.

D) Tableau(x) récapitulatif(s) des données d'extraction obtenues au moyen de la méthode d'analyse.

E) Tableau(x) récapitulatif(s) des données de validation de la stabilité à l'entreposage.

v) Renseignements/données brutes portant sur des essais individuels au champ. Chaque rapport d'essai individuel au champ doit donner les renseignements suivants :

A) Antiparasitaire à l'essai (pesticide).

1) Identité de la matière active du pesticide à l'essai, notamment l'appellation chimique, le nom commun, l'appellation ANSI, BSI, ISO et le nom donné par le fabricant à la substance expérimentale ou en développement.

2) Identité des formulations utilisées pour les essais au champ, notamment le nom de commerce, le type (p. ex., CE, PM, G), la quantité de matière active par litre et par gallon, en kg et en lb, etc., ainsi que le nom du fabricant.

3) Renseignements sur d'autres paramètres pertinents, comme le nom des autres produits entrant dans le mélange en cuve, les adjuvants de pulvérisation et le porteur, p. ex., un polymère encapsulant, etc.

4) Autres. Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée du composé agrochimique à l'essai.

B) Produit agricole à l'essai (PAB).

1) Identité du PAB, notamment le type/variété (cultivar) et le groupe de cultures d'appartenance (Section 97.15, *Groupes de cultures*).

2) Identité de la ou des parties précises de la culture qui ont été récoltées, ont servi aux validations des méthodes d'analyse des résidus et ont servi à l'analyse des résidus en vue de la détermination du résidu préoccupant (RP).

3) Le(s) stade(s) de croissance(s) atteint(s), l'état général, p. ex., à maturité ou non, vert ou mûr, sec ou frais, etc., et la taille atteinte par le plant au moment de l'application ou des applications du pesticide ainsi qu'au moment de la récolte.

4) Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée du RP.

vi) Méthodes d'essai.

A) Description détaillée du plan d'expérience et des méthodes utilisées pour la culture des plants, les applications des formulations du pesticide et la récolte d'échantillons. On doit fournir, par exemple sur des fiches de travail uniformisées, les renseignements suivants, en plus des descriptions du pesticide et du produit agricole à l'essai :

1) Numéro d'identification de l'essai.

2) Collaborateur. Nom et adresse, lieu d'essai, c.-à-d. numéro de région/zone tel qu'indiqué à l'appendice VI (cartes 1 et 2), comté et province/État, pays si à l'extérieur du Canada ou des É.-U., et année.

3) Plan des essais au champ. Nombre et dimensions des parcelles témoins et d'essai, nombre de plants par parcelle ou par unité de surface, nombre de rangées par parcelle, longueur des rangées et distance les séparant.

4) Traitements culturaux. Pratiques culturales comme le travail de la terre, l'irrigation, etc., et le système cultural.

5) Caractéristiques pédologiques. On doit fournir aussi le nom/désignation du type de sol ainsi que toutes les caractéristiques physico-chimiques classiques des sols décrivant leurs propriétés, p. ex., le pourcentage de matières organiques et le pH.

6) Méthode(s) d'application, c.-à-d. au sol ou du haut des airs, des formulations du pesticide; description du matériel utilisé; type d'application, c.-à-d. par bandes/à la volée, sur le sol/sur le feuillage/dirigée, ou encore UBV/concentré/dilué, chimigation ou autres; étalonnage du matériel d'application du pesticide (indiquer les méthodes et les dates).

7) Doses. Quantité de la matière active et quantité de la formulation appliquée par hectare, par acre, par rangée, par volume, etc.; volume appliqué par hectare et par acre; dose maximale par saison.

8) Nombre et dates des applications. Nombre total et nombre pendant le repos végétatif, avant la plantation, avant la levée des plants, avant la floraison, etc.; délais entre les applications et délai entre un traitement et un échantillonnage subséquent (délai d'attente).

9) Application d'autres pesticides. Description, c.-à-d. nom et type de la formulation, matières actives, doses, dates, emploi en mélange de cuve ou isolément, but de l'application.

10) Données climatiques. Relevés des températures et des précipitations pendant la saison de croissance, provenant du poste d'observations météorologiques le plus proche, et relevés de la vitesse du vent pendant les applications; et valeurs moyennes de ces données, c.-à-d. des moyennes obtenues sur une période d'au moins cinq ans.

11) Dates. De plantation, de semis ou de transplantation, le cas échéant; autres dates importantes dans le cycle de croissance de la culture, p. ex., du fendillement des brous; dates d'application des pesticides; date de la récolte.

12) Méthodes de récolte. C.-à-d. récolte mécanique, à la main, sur la plante, au sol, par flottation, etc.; type de matériel utilisé; nombre et masse des échantillons prélevés par essai répété et nombre d'essais répétés par degré de traitement; caractère statistique de l'échantillonnage, p. ex., prélèvement des fruits dans la partie supérieure, intermédiaire ou inférieure, et en périphérie ou à l'intérieur de la cime des arbres; codage des échantillons avec établissement de références croisées permettant de retracer l'historique des échantillons, etc.

13) Contrôle de qualité. Mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour s'assurer de l'exécution rigoureuse des essais au champ sur des cultures.

14) Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée de la croissance du PAB, des applications des formulations du pesticide et de la récolte des échantillons.

B) Description détaillée des méthodes de manutention, d'entreposage avant les envois et d'envoi des échantillons de PAB récoltés. En plus de la description de la substance et de la culture à l'essai, les renseignements fournis doivent comprendre les éléments suivants (on peut employer un formulaire normalisé à cette fin) :

1) Identité des échantillons. Moyens de marquage/de codage.

2) Conditions. Température, volume/dimensions du contenant, etc., et durée d'entreposage avant l'envoi des échantillons.

3) Méthodes d'emballage en vue des envois. Type/dimensions du contenant, taille des échantillons, conservation à température ambiante ou sur la glace, marquage/codage, etc.

4) Moyens de transport entre le site d'essai et le laboratoire.

5) Dates des récoltes, de l'entreposage avant les envois, et de réception des envois par le laboratoire.

6) Contrôle de la qualité. Mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour s'assurer de l'intégrité des échantillons au cours de la manutention, de l'entreposage avant l'envoi et de l'envoi-même.

7) Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée des méthodes de manutention, d'entreposage avant l'envoi et d'envoi des échantillons récoltés.

C) Description détaillée des conditions et de la durée d'entreposage des échantillons de PAB récoltés à partir de leur réception par le laboratoire.

D) Description détaillée des analyses de résidus effectuées pour déterminer le RP dans les échantillons du PAB prélevés lors des essais au champ et dans ceux servant à déterminer la stabilité à l'entreposage. Si les renseignements demandés figurent ailleurs dans les données accompagnant la demande d'homologation, il n'est pas nécessaire de les indiquer de nouveau ici. Il suffit de faire référence à la méthode d'analyse appropriée.

E) Les études de validation des méthodes de récupération doivent être réalisées en même temps que les analyses de résidus dans les échantillons provenant de

chacun des essais individuels au champ, de façon à déterminer le degré de récupération des substances à l'essai que contiennent les tissus des denrées agricoles à l'essai en utilisant différentes concentrations de dopage et en appliquant les méthodes d'analyse des résidus; on veut aussi définir une limite de quantification validée (LQ). Les renseignements suivants, qui portent spécifiquement sur la validation des méthodes, doivent comprendre les éléments suivants (on peut employer un formulaire normalisé à cette fin) :

1) Plan d'expérience. Identité des denrées soumises à l'essai, c.-à-d. de parties précises de plantes, et des substances étudiées, soit la substance initiale et des métabolites précis. Indiquer aussi le nombre d'échantillons dopés et les concentrations ajoutées, le nombre d'échantillons répétés par composé à l'essai et par concentration de dopage, les codes d'échantillons, les échantillons témoins, etc.

2) Méthode de dopage. Décrire de façon détaillée la préparation des substances et des denrées à l'essai, ainsi que la manière dont celles-ci ont été exposées aux substances à l'essai.

3) Dates. De conditionnement des échantillons, c.-à-d. macération/extraction, etc.; de préparation des substances à l'essai, c.-à-d. de solutions de référence de concentration connue; d'analyse des résidus.

4) Résultats d'analyse des résidus. Données brutes, lectures non corrigées en ppm (il est possible de présenter aussi des mesures corrigées, mais on doit les faire accompagner d'une explication), méthodes de calcul de la récupération en pourcentage, taux de récupération (plages de valeur), sensibilité et LQ.

5) Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée des méthodes de validation des méthodes d'analyse.

vii) Structure des figures et des tableaux comportant des données.

A) Tableaux de données sur le dosage des résidus dans des parties précises de plantes. La concentration non corrigée des résidus doit être indiquée. On peut aussi présenter des données corrigées, mais il faut alors expliquer la procédure suivie.

B) Tableaux donnant les taux de récupération des résidus.

C) Graphiques, selon le besoin, p ex., pour montrer la baisse de concentration des résidus.

D) Formules contenant des renseignements décrivant l'historique des essais au champ.

E) Formules présentant des renseignements sur la récolte, l'envoi et l'entreposage des échantillons.

F) Tableaux de données météorologiques si le demandeur soutient que des conditions inhabituelles sont à l'origine de résultats aberrants.

viii) Certification. Document, dûment signé et portant date, de certification de l'authenticité, et renseignements sur le personnel responsable des différentes étapes de ce rapport tels que le directeur de l'étude, le superviseur au champ et le superviseur au laboratoire. Fournir des renseignements, en caractères d'imprimerie, comme le nom, le titre, les affiliations, l'adresse, et le numéro de téléphone.

ix) Références.

x) Appendices.

A) Exemplaires représentatifs de chromatogrammes, spectres, etc., de blancs de réactifs, de blancs de solvants, d'étalons de référence, de témoins, d'échantillons prélevés au champ, d'échantillons dopés, etc., associés par référence croisée à des rapports d'étude portant sur des essais individuels au champ.

B) Réimpressions de documents publiés ou non, de rapports d'entreprise, de lettres, de méthodes d'analyse, etc. cités ou utilisés par le demandeur, sauf si ces documents paraissent ailleurs dans le rapport exhaustif des données; le cas échéant, il suffira d'établir des références croisées.

C) Tout autre renseignement pertinent qui n'entre pas dans les autres sections du présent rapport.

9.14.2 Présentation des données - applications spéciales

Avant-propos.

La présente section sur la présentation de données relatives à des application spéciales comporte trois parties, soit 1) la classification des traitements appliqués à des semences et le traitement de cultures récoltées pour leurs graines aux fins d'utilisations alimentaires seulement; 2) la fumigation de cultures après leur récolte ainsi que d'aliments transformés et d'aliments pour animaux; 3) les traitements autres que la fumigation de cultures après leur récolte ainsi que d'aliments transformés et d'aliments pour animaux. Chacune des trois parties décrit la présentation recommandée par l'Agence que les demandeurs

devraient adopter pour les rapports sur des études traitant de l'application spéciale en question.

Présentation d'un rapport sur le traitement de semences.

Il faut présenter les résultats d'une étude par radiomarquage établissant qu'il ne se produit pas de translocation de la radioactivité vers les parties aériennes et les racines des plantes cultivées (destinées à la consommation humaine ou animale) pour obtenir une exemption relative à la présentation de données sur le traitement de semences. Lorsque l'étude par radiomarquage prouve qu'un traitement donné ne laisse aucun résidu supérieur à 10 parties par milliard dans aucun tissu, c.-à-d. la tige, le feuillage, les racines ou les graines, il n'est pas nécessaire de poursuivre les études. Lorsque le traitement s'applique à des semences destinées à des fins alimentaires, les données doivent être inscrites comme demandé dans les sections appropriées des directives, p. ex., sur le métabolisme chez les plantes et sur les essais au champ sur des cultures.

Les indications suivantes donnent un aperçu de la façon de présenter les rapports sur les études par radiomarquage visant à déterminer si le traitement de semences est à l'origine d'une absorption de la radioactivité dans les parties aériennes et dans les racines comestibles de plantes cultivées.

i) Page de couverture. La page titre et les exigences documentaires additionnelles, c.-à-d. les exigences relatives à la présentation des données et revendications en matière de non divulgation de données confidentielles, le cas échéant, doivent précéder le contenu de l'étude qui lui-même doit être présenté conformément aux instructions fournies ci-dessous.

ii) Table des matières. La table des matières doit donner une idée de l'organisation générale du document, notamment des tableaux et des figures.

iii) Introduction

A) Contexte et historique du pesticide.

1) Bref résumé de la nature du résidu dans les plantes, notamment de la structure du composé initial et de celle des résidus qui sont sources de préoccupations d'ordre toxicologique.

B) But de l'étude.

C) Résumé de l'étude.

1) Court sommaire de la demande d'homologation et des méthodes au champ.

2) Résultats, notamment rapport de problèmes inattendus.

3) Conclusions.

iv) Matériel et méthodes.

A) Substances à l'essai.

1) Identité de la matière active du pesticide à l'essai, notamment le nom chimique, le nom commun, l'appellation ANSI, BSI ou ISO, ainsi que le nom donné par le fabricant à la substance expérimentale ou en développement.

2) Description du matériel d'essai radiomarqué. Identifier le radiomarqueur et indiquer son site d'insertion. On doit justifier tout emploi d'un radiomarqueur autre que le ^{14}C et le choix du site d'insertion. Dans la mesure du possible, le marquage doit se faire sur un noyau. C'est ici qu'on doit rapporter la pureté, l'activité spécifique en Curies/mole et le nombre de désintégrations par minute et par g (Dpm/g).

3) Identité de la ou des formulations dans lesquelles la matière active radiomarquée du pesticide a été introduite, notamment le nom de commerce, le type (p. ex., CE, PM, G) ainsi que la quantité de matière active par litre et par gallon, en kg et en lb, etc., et le nom du fabricant.

4) État physique et nature du solvant, du vecteur, de l'appât, de l'adjuvant ou de toute autre substance dans laquelle le pesticide est appliqué.

B) Culture à l'essai.

1) Identité de la culture à l'essai, notamment la variété

2) Identité de la ou des parties précises de la culture qui ont été récoltées et ont servi à l'analyse de la radioactivité.

3) Le(s) stade(s) de croissance(s) atteint(s), l'état général, p. ex., à maturité ou non, vert ou mûr, sec ou frais, etc., et la taille atteinte par la culture à l'essai au moment de la récolte.

C) Site d'essai.

1) Description du site d'essai. Environnement général, p. ex., parcelles d'essai à l'extérieur, serres ou chambres de croissance; emplacement

(comté et province/État); conditions du milieu (température, précipitations, ensoleillement); type de sol.

2) Emplacement (comté et province/État)

3) Collaborateur.

D) Méthodes d'essai au champ.

1) Description détaillée de l'application du pesticide radiomarqué aux semences. Parmi les renseignements à paraître, mentionnons la dose, en kg ou en lb, de matière active et du produit formulé par kg ou lb de semences, la concentration de la solution de traitement, le volume de la solution appliquée par kg ou lb de semences, la formulation, l'état physique du pesticide appliqué, le diluant, les additifs, etc., ainsi que la méthode d'application (trémie, matériel commercial, etc.) Le pesticide doit être appliqué à la dose maximale prévue.

2) Plan des essais au champ. Parmi les renseignements à paraître, mentionnons la superficie des parcelles/des contenants, le nombre de plants par parcelle/contenant, le nombre de parcelles/de contenants, le nombre de plants par unité de surface, la longueur des rangs et leur espacement.

3) Pratiques culturales. Les renseignements sur les pratiques culturales comme le travail de la terre, l'irrigation et les traitements au moyen d'autres pesticides doivent figurer ici.

4) Méthodes de récolte, notamment le nombre de jours entre le semis et la récolte.

E) Échantillonnage, manutention et entreposage.

1) Dates d'échantillonnage, d'envoi, d'entreposage et d'analyse.

2) Description des méthodes d'échantillonnage et de la taille des échantillons.

3) Conditions de manutention, avant l'envoi, pendant l'envoi et d'entreposage, notamment les durées d'entreposage.

F) Méthodes/instruments d'analyse.

1) Description du conditionnement des échantillons, c.-à-d. dissection, broyage, lyophilisation, nombre de plantes constituant un échantillon, etc., avant la mesure de la radioactivité.

2) Détails sur la méthode d'analyse appliquée à la mesure de la radioactivité, notamment la description du matériel employé et des paramètres instrumentaux.

G) Contrôle de qualité. Mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour s'assurer de l'intégrité des essais au champ, des échantillons et de la mesure du résidu.

H) Tout autre renseignement utile sur le matériel et les méthodes.

v) Résultats et conclusions.

A) Bref sommaire des méthodes d'étude.

1) Ce sommaire doit comprendre le nombre d'essais au champ, la description de l'application du pesticide radiomarqué aux semences (c.-à-d. la dose, la méthode et la formulation), le site (c.-à-d. à l'extérieur, en serre ou en chambre de croissance), le nombre de jours écoulés entre le semis et la récolte, le nombre de plantes échantillonnées, la partie des plantes où la radioactivité a été mesurée, la méthode de détection.

B) Résultats.

1) Total récupéré, c.-à-d. la radioactivité dans la matière organique, sur les graines au moment du semis, si mesuré. La radioactivité doit être rapportée de la façon suivante :

a) Désintégrations par minute (Dpm)

b) Dpm/µg.

c) Équivalents en ppm de la substance initiale. On doit fournir un calcul-type de la conversion du nombre de désintégrations aux ppm, particulièrement si d'autres unités que les Dpm sont utilisées.

2) La répartition de la radioactivité dans la culture traitée au moment de la récolte ou de l'échantillonnage. Les résultats à communiquer sont la

radioactivité totale récupérée, c.-à-d. dans la matière organique, qu'il reste au moment de l'échantillonnage ou de la récolte de la plante entière, ou encore des parties utiles de la plante, c.-à-d. des parties aériennes et des racines comestibles de la plante cultivée. On doit rapporter la radioactivité observée dans la plante entière et dans des parties de la plante, sous forme de tableau, de la manière suivante:

a) Dpm

b) Dpm/µg.

c) Équivalents en ppm du produit initial.

Dans le cas des parties de plantes, on doit exprimer la radioactivité de la façon suivante en plus :

d) Pourcentage de la radioactivité totale récupérée dans l'ensemble de la plante.

e) ppm pour toutes les parties de plantes.

3) Graphiques et figures décrivant les résultats.

Le cas échéant, les graphiques doivent être assortis de tableaux des valeurs réelles ayant servi à la construction des graphiques.

4) Évaluation descriptive des résultats. Le texte doit comprendre une analyse du retraçage quantitatif de la majeure partie de la radioactivité totale récupérée dans les parties aériennes et dans les racines des plantes. Doivent aussi figurer une analyse des problèmes inattendus et de la façon qu'ils ont été réglés, ainsi que l'explication des valeurs apparemment atypiques ou aberrantes.

C) Conclusions. Le demandeur doit indiquer si les résultats de l'étude considérée et d'autres études pertinentes permettent à l'ARLA d'accorder une exemption relativement au traitement des semences étudié.

vi) Données brutes et renseignements sur les essais individuels au champ.

A) Détails relatifs aux données sur la radioactivité dans certains échantillons représentatifs.

Indiquer notamment la durée des mesures, le nombre total de désintégrations comptées, les comptes corrigés et le rendement de comptage. Indiquer aussi

d'autres données brutes comme la taille des échantillons, les équivalents en ppm déterminés, la sensibilité de la méthode et les limites de détection ainsi que tout autre renseignement pertinent et utile à la vérification des calculs du demandeur.

B) Description des calculs et exemples.

C) Description des tests statistiques et exemples.

D) Chiffres bruts représentatifs. (Le cas échéant, imprimés d'ordinateur, chromatogrammes, spectres, etc.)

E) Autres renseignements jugés pertinents par le demandeur.

vi) Certification. Document de certification de l'authenticité rempli par le directeur de l'étude. Fournir des renseignements, comme le nom en caractères d'imprimerie, la signature, le titre, les affiliations, l'adresse, et le numéro de téléphone et la date.

vii) Références.

viii) Appendices.

A) Tirés à part d'articles publiés ou non, de rapports d'entreprises, de lettres, etc. dont le demandeur n'a pas de raison de penser qu'ils figurent dans les dossiers de la division de l'évaluation sanitaire, mais qui pourraient contribuer à l'évaluation de l'étude, de l'avis du demandeur.

B) Autres renseignements (tout élément pertinent qui n'entre pas dans les autres sections du rapport).

9.14.3 Présentation des données - fumigations après la récolte

Avant-propos.

On peut dire que la fumigation est l'acte de dégager et de disperser une substance chimique toxique de manière à ce qu'elle atteigne les organismes visés entièrement ou principalement sous forme gazeuse ou de vapeur. Les PAB, et leurs produits de transformation, peuvent être traités par fumigation après leur récolte.

Les rapports d'études portant sur la fumigation après la récolte de produits agricoles bruts et de produits de transformation doivent comprendre tous les renseignements nécessaires à une description complète et précise des études considérées.

Présentation des données fumigation

i) Page de garde principale. La page titre et les exigences documentaires additionnelles, c.-à-d. les exigences relatives à la présentation des données et revendications en matière de non divulgation de données confidentielles, le cas échéant, doivent précéder le contenu de l'étude qui lui-même doit être présenté conformément aux instructions fournies ci-dessous.

ii) Table des matières. La table des matières doit donner une idée de l'organisation générale du document, notamment des tableaux et des figures.

iii) Introduction.

A) Contexte et historique du pesticide.

1) Bref résumé de la nature du résidu dans les plantes, notamment de la structure du composé initial et des résidus qui sont sources de préoccupations d'ordre toxicologique.

B) But de l'étude.

C) Résumé de l'étude.

1) Bref résumé des méthodes d'application.

2) Résultats, notamment problèmes inattendus.

3) Conclusions.

iv) Matériel et méthodes

A) Substances à l'essai.

1) Identité de la matière active du pesticide à l'essai, notamment le nom chimique, le nom commun, l'appellation ANSI, BSI ou ISO, ainsi que le nom donné par le fabricant à la substance expérimentale ou en développement.

2) Identité de la ou des formulations du pesticide dans lesquelles la matière active du pesticide a été introduite, notamment le nom de commerce, le type (p. ex., CE, PM, G) ainsi que la quantité de matière active par litre et par gallon, en kg et en lb, etc., ainsi que le nom du fabricant.

3) Renseignements sur la substance dans laquelle la formulation a été appliquée, ainsi que sur tout additif.

4) Paramètre physico-chimiques de la substance à l'essai.

B) Denrées brutes ou transformées à l'essai.

1) Identité de la culture à l'essai, notamment la variété/cultivar.

2) Identité de la ou des parties précises de la culture récoltée qui sont utilisées.

3) Le(s) stade(s) de croissance(s) atteint(s), l'état général, p. ex., à maturité ou non, vert ou mûr, sec ou frais, etc., et la taille du produit agricole à l'essai au moment de la fumigation.

4) Type et grandeur des contenants et recouvrements des produits agricoles, p. ex., bois, toile, etc.

5) Renseignements indiquant si le produit brut ou transformé, ou si le contenant d'entreposage ont subi un autre traitement avant le traitement post-récolte à l'essai; mentionner les doses, les délais d'attente et le résidu mesuré avant le traitement post-récolte à l'essai.

C) Site d'essai.

1) Description de la chambre de fumigation. Faire figurer les renseignements suivants :

a) Type de chambre de fumigation, p. ex., silos à céréales ou entreposage à plat, toiles de recouvrement, salles de fumigation, chambres à vide, etc.

b) Volume et configuration de la chambre de fumigation.

c) Mesures prises pour sceller la chambre de fumigation (p. ex., recouvrement des surfaces avec du papier asphalté ou des toiles de plastique, scellement des bouches de ventilation, des fenêtres, des fissures, etc.)

d) Température à l'intérieur de la chambre de fumigation.

e) Volume relatif de la pièce, par rapport à celui des produits traités.

2) Emplacement de la chambre de fumigation. Les renseignements à communiquer sont notamment les suivants :

   a) Comté et province/État.

   b) Conditions du milieu, le cas échéant (température, vent et humidité).

   c) Collaborateur.

D) Application du pesticide.

   1) Type de système de distribution et méthode de volatilisation du fumigant.

   2) Mesures adoptées pour activer la circulation du gaz.

   3) Dose, durée d'exposition, température et pression.

   4) Configuration de la chambre de fumigation, c.-à-d. points d'injection et position des ventilateurs et des soufflantes par rapport à la disposition des denrées, à la hauteur des piles de denrées, etc.

   5) Nombre d'applications, dates.

   6) Formulation.

E) Aération des denrées

   1) Durées et dates des périodes d'aération.

   2) Description des méthodes d'aération à l'intérieur des locaux, c.-à-d. enlèvement des scellements et des toiles, ouverture des portes et fenêtres, utilisation de ventilateurs d'extraction et d'aspiration de l'air; description des méthodes pour l'extérieur.

   3) Description de toute opération d'aération subséquente à l'échantillonnage.

F) Prélèvement, manutention et entreposage d'échantillons.

   1) Dates de prélèvement, d'envoi et d'entreposage d'échantillons; dates des analyses.

   2) Description de la méthode d'échantillonnage, notamment des points d'échantillonnage (p. ex., au sommet, au fond, au centre ou sur le côté de

la pile; à la périphérie ou au centre de la chambre de fumigation), de la taille des échantillons et des mesures prises pour empêcher qu'il se produise une désorption du fumigant pendant le prélèvement des échantillons.

3) Conditions de manutention, d'entreposage avant l'envoi, d'envoi et d'entreposage après l'envoi, notamment les durées d'entreposage, les mesures spéciales prises pour empêcher la désorption du fumigant entre l'échantillonnage et l'analyse, description des contenants d'échantillons et température d'entreposage.

G) Méthodes et instruments d'analyse.

1) Description du conditionnement des échantillons, p. ex., formation d'échantillons composés, sous-échantillonnage, mouture, extraction, etc., et mesures prises pour empêcher qu'il se produise une désorption du fumigant pendant le conditionnement des échantillons.

2) Détails de la méthode d'analyse employée pour quantifier le résidu, et description du matériel, des instruments et des paramètres instrumentaux.

H) Contrôle de qualité. Mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour s'assurer de l'intégrité des essais, des échantillons et de la mesure du résidu.

I) Tout autre renseignement pertinent sur le matériel et les méthodes.

v) Résultats et conclusions.

A) Bref sommaire des méthodes d'étude. Il faut mentionner le nombre d'essais et les denrées à l'essai, indiquer si elles ont déjà été traitées avec la matière active à l'essai, décrire les fumigations et les chambres de fumigation, la formulation, les durées d'aération et la méthode de détection.

B) Résultats des analyses d'échantillons traités et témoins, ainsi que des échantillons enrichis.

1) Tableaux présentant les résultats. Les résultats sur les résidus doivent être présentés sous forme de tableau. Les renseignements suivants doivent y apparaître :

a) Denrée.

b) Partie de plante.

c) Type de chambre de fumigation.

d) Dose.

e) Durée d'exposition.

f) Température.

g) Durée d'aération.

h) Résidu. Le dosage du résidu ne devrait pas être limité à l'échantillonnage immédiatement après la période d'aération spécifiée sur l'étiquette. Il devrait s'étendre sur une période suffisante pour déterminer la courbe de la baisse de concentration prévue dans diverses conditions d'envoi et d'entreposage et à diverses températures.

2) Graphiques et figures décrivant les résultats. Le cas échéant, les graphiques doivent être assortis de tableaux des valeurs réelles ayant servi à la construction des graphiques.

3) Évaluation descriptive des résultats. Le texte doit comprendre une analyse des problèmes inattendus et de la façon qu'ils ont été réglés, ainsi que l'explication des valeurs apparemment atypiques ou aberrantes.

E) Conclusions relatives aux LMR appropriées aux usages proposés.

vi) Données brutes et renseignements sur les essais individuels.

A) Tableaux présentant des données brutes sur les analyses de résidus dans des échantillons traités, des témoins et des échantillons enrichis, ainsi que dans des étalons.

B) Figures représentatives de données brutes.

1) Le cas échéant, imprimés d'ordinateur, chromatogrammes et spectres d'échantillons traités, de témoins, d'échantillons enrichis, ainsi que d'étalons, etc.

2) Courbes d'étalonnage.

C) Description des calculs, avec exemples.

D) Description des tests statistiques, avec exemples.

E) Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée de l'étude.

vii) Certification. Document de certification de l'authenticité rempli par le directeur de l'étude. Fournir des renseignements, comme le nom en caractères d'imprimerie, la signature, le titre, les affiliations, l'adresse, et le numéro de téléphone et la date.

viii) Références.

ix) Appendices.

A) Tirés à part d'articles publiés ou non, de rapports d'entreprises, de lettres, etc. dont le demandeur n'a pas de raison de penser qu'ils figurent dans les dossiers de la division de l'évaluation sanitaire, mais qui pourraient contribuer à l'évaluation de l'étude, de l'avis du demandeur.

B) Autres renseignements (tout élément pertinent qui n'entre dans aucune autre section des présentes lignes directrices.)

9.14.4 Présentation des données - traitement post-récolte, exception faite de la fumigation

Avant-propos

Les traitements post-récolte d'aliments destinés à l'alimentation humaine ou animale sont pratiqués de diverses manières, p. ex., par immersion, par bassinage, par production mécanique de mousse et par application en pulvérisation ou par brossage. Le pesticide peut être appliqué directement aux produits ou indirectement, soit dans le réservoir de stockage. Il arrive souvent qu'un enduit cireux soit appliqué sur les produits. Il se peut que le PAB ainsi que ses produits de transformation soient traités après la récolte. Le rapport d'étude sur le traitement après la récolte de produits bruts et d'aliments destinés à l'alimentation humaine et animale doit comprendre tous les renseignements nécessaires à la description complète et précise de l'étude.

Présentation des données

i) Page de couverture. La page titre et les exigences documentaires additionnelles, c.-à-d. les exigences relatives à la présentation des données et revendications en matière de non divulgation de données confidentielles, le cas échéant, doivent précéder le contenu de l'étude qui lui-même doit être présenté conformément aux instructions fournies ci-dessous.

ii) Table des matières. La table des matières doit donner une idée de l'organisation générale du document, notamment des tableaux et des figures.

iii) Introduction.

A) Contexte et historique du pesticide.

1) Bref résumé de la nature du résidu dans les plantes, notamment de la structure du composé initial et des résidus qui sont sources de préoccupations d'ordre toxicologique.

B) But de l'étude.

C) Résumé de l'étude.

1) Bref résumé des méthodes d'application.

2) Résultats, notamment problèmes inattendus.

3) Conclusions.

iv) Matériel et méthodes.

A) Substances à l'essai.

1) Identité de la matière active du pesticide à l'essai, notamment le nom chimique, le nom commun, l'appellation ANSI, BSI ou ISO, ainsi que le nom donné par le fabricant à la substance expérimentale ou en développement.

2) Identité de la ou des formulations du pesticide dans lesquelles la matière active du pesticide a été introduite, notamment le nom de commerce, le type (p. ex., CE, PM, G) ainsi que la quantité de matière active par litre et par gallon, en kg et en lb, etc., ainsi que le nom du fabricant.

3) Renseignements sur la substance dans laquelle la formulation a été appliquée, eau ou cire, ainsi que sur tout additif.

B) Denrées brutes ou transformées à l'essai.

1) Identité de la culture à l'essai, notamment la variété.

2) Identité de la ou des parties précises de la culture qui ont été traitées et analysées.

3) Stade(s) de croissance(s) atteint(s), état général, p. ex., à maturité ou non, vert ou mûr, sec ou frais, etc., et taille du produit agricole à l'essai au moment du traitement.

4) Renseignements à l'effet que la denrée ou que son contenant avaient été traités ou non avec la matière active avant le traitement post-récolte; dans l'affirmative, indiquer les doses, les délais d'attente et la concentration du résidu avant le traitement qui a suivi la récolte.

C) Site d'essai.

1) Description du site d'essai. Environnement, p. ex., essais à l'extérieur, à l'intérieur, centre de conditionnement à contrôle de l'ambiance, etc., et température.

2) Emplacement, c.-à-d. comté, province/ État.

3) Collaborateur.

D) Application du pesticide.

1) État physique du pesticide au moment de l'application.

2) Description comparée de la méthode/du matériel d'application du pesticide, p. ex., application directe (sur le produit agricole) ou indirecte (sur le contenant), par immersion, par bassinage, par production mécanique de mousse et par application en pulvérisation, par brossage, par application d'un enduit cireux.

3) Dose, en kg ou en lb de matière active et de la substance formulée par kg ou lb du produit traité, concentration de la solution de traitement, volume de la solution appliquée par kg ou lb du produit traité, durée d'exposition, nombre de traitements température de la solution.

4) Description des pratiques subséquentes à la récolte qui accompagnent le traitement, p. ex., l'application d'un enduit cireux après le traitement, lavages avec des détergents et rinçages (mentionner le nombre, la durée et le volume).

5) Dates d'application.

6) Formulation.

E) Échantillonnage, manutention et entreposage.

1) Dates d'échantillonnage, d'envoi, d'entreposage et d'analyse.

2) Description de la méthode d'échantillonnage et taille des échantillons.

3) Conditions de manutention, d'entreposage avant l'envoi, d'envoi et d'entreposage après l'envoi, notamment les durées d'entreposage.

F) Méthodes et instruments d'analyse.

1) Description du conditionnement des échantillons, p. ex., formation d'échantillons composés, sous-échantillonnage, broyage extraction, etc.

2) Détails de la méthode d'analyse employée pour quantifier le résidu, et description du matériel, des instruments et des paramètres instrumentaux.

G) Contrôle de qualité. Mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour s'assurer de l'intégrité des essais, des échantillons et de la mesure du résidu.

H) Tout autre renseignement pertinent sur le matériel et les méthodes.

v) Résultats et conclusions.

A) Bref résumé des méthodes d'étude. Dans le sommaire de ces méthodes, on doit indiquer le nombre d'essais, décrire les denrées agricoles, préciser si elles avaient été préalablement traitées avec la matière active, décrire le traitement après la récolte, p. ex., concentration, durée d'exposition, température, indiquer la formulation employée et la méthode de détection appliquée.

B) Résultats des analyses d'échantillons traités et des témoins, ainsi que des échantillons dopés.

1) Tableaux présentant les résultats. Les résultats sur les résidus doivent être présentés sous forme de tableau. Les renseignements suivants doivent y apparaître :

I) Denrée.

II) Partie de plante.

III) Méthodes et instruments d'application du pesticide.

IV) Dose, en kg ou en lb de matière active par kg ou lb du produit traité.

V) Concentration de la solution de traitement.

VI) Volume de la solution de traitement par kg ou lb du produit traité.

VII) Durée d'exposition.

VIII) Nombre de traitements.

IX) Autres renseignements pertinents ayant trait à la concentration du résidu,, p. ex., emploi de cire, rinçage, volume et durée du rinçage.

X) Formulation.

XI) Résidu. Les essais portant sur le résidu doivent nous renseigner sur le taux de diminution de la concentration du résidu à prévoir dans différentes conditions et températures d'envoi et d'entreposage.

2) Graphiques et figures décrivant les résultats. Le cas échéant, les graphiques doivent être assortis de tableaux des valeurs réelles ayant servi à la construction des graphiques.

3) Évaluation descriptive des résultats. Le texte doit comprendre une analyse des problèmes inattendus et de la façon qu'ils ont été réglés, ainsi que l'explication des valeurs apparemment atypiques ou aberrantes.

C) Conclusions relatives aux doses maximales admissibles appropriées aux usages proposés.

vi) Données brutes et renseignements sur les essais individuels.

A) Tableaux présentant des données brutes sur les analyses de résidus dans des échantillons traités, des témoins et des échantillons enrichis, ainsi que dans des étalons.

B) Figures représentatives de données brutes.

1) Le cas échéant, imprimés d'ordinateur, chromatogrammes et spectres d'échantillons traités, de témoins et d'échantillons enrichis, ainsi que d'étalons, etc.

2) Courbes d'étalonnage.

C) Description des calculs, avec exemples.

D) Description des tests statistiques, avec exemples.

E) Tout autre renseignement additionnel que le demandeur trouve pertinent et utile à une description complète et détaillée de l'étude.

vii) Certification. Document de certification de l'authenticité rempli par le directeur de l'étude. Fournir des renseignements, comme le nom en caractères d'imprimerie, la signature, le titre, les affiliations, l'adresse, et le numéro de téléphone et la date.

viii) Références.

ix) Appendices.

A) Tirés à part d'articles publiés ou non, de rapports d'entreprises, de lettres, etc. dont le demandeur n'a pas de raison de penser qu'ils figurent dans les dossiers de la division de l'évaluation sanitaire, mais qui pourraient contribuer à l'évaluation de l'étude, de l'avis du demandeur.

B) Autres renseignements (tout élément pertinent qui n'entre dans aucune autre section de cet aperçu).

9.15 Références

Le contenu des présentes lignes directrices est inspiré des documents suivants :

1. Codex Alimentarius sur les résidus de pesticides dans les denrées alimentaires, Volume 2, 2e édition, 1993 ou version plus récente.

2. Lignes directrices du Codex relatives à taille minimale des échantillons de produits agricoles devant être prélevés dans le cadre des essais contrôlés au champ aux fins du dosage des résidus, ALINORM 87/24A (1987) (voir l'annexe I).

3. Ministère de la Santé nationale et du Bien-être social, *Rapport sur les habitudes alimentaires - Nutrition Canada,* 1975.

4. L.H. Keith *et al.*, Principles of Environmental Analysis, *Analytical Chemistry*, 55, 2210-2218, 1983.

5. *Lignes directrices sur les résidus chimiques* de l'ARLA, section 3, *Méthode d'analyse des résidus*.

6. *Lignes directrices sur les résidus chimiques* de l'ARLA, section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage.*

7. *Lignes directrices sur les résidus chimiques* de l'ARLA, section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage,* alinéa 5.3.2.

8. Directives d'homologation de l'ARLA, Dir 98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit du système intégré,* et Dir 98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une formulation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits du système intégré homologués.*

9. Statistique Canada, *Profil agricole du Canada - Partie 1* (nº 93-350 au catalogue).

10. Statistique Canada, Recensement de l'agriculture de 1991.

11. Statistique Canada, *Série de rapports sur les grandes cultures* (nº 22-002 au catalogue)

12. Statistique Canada, *Production de fruits et légumes* (nº 22-003 au catalogue)

13. Statistique Canada, *L'industrie des cultures de serre* (nº 22-202 au catalogue).

14. Statistics Canada, *Spatial Analysis and Geomatics Applications (SAGA), The Delineation of Canadian Major and Minor Crop Field Trial Regions.* Report prepared for PMRA, HE, Health Canada, Ottawa, February 1996.

15. Statistics Canada, Spatial Analysis and Geomatics Applications (SAGA), *Methodology and Delineation Criteria Used for the Delineation of Canadian Crop Area and Arable Land Regions.* Report prepared for PMRA, HE, Health Canada, Ottawa, 1996.

16. U. S. EPA, *Pesticide Reregistration Rejection Rate Analysis Residue Chemistry, Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7508W). PA 738-K-94-001.* Report prepared with Senior Scientists Advisory Council, Chemistry Branches, Health Effects Division (1994). *EPA Guidance on Number and Location of Domestic Crop Field Trials for Establishment of Pesticide Residue Tolerances,* June 1994.

17. U. S. EPA, Pesticide Registration Notice PR 86-5, Standard Format for Data Submitted under the FIFRA and Certain Provisions of the Federal Food, Drug, and Cosmetic Act (FFDCA), May 3, 1986.

18. ARLA, Santé Canada, DES, Directive d'homologation Dir98-02, *Lignes directrices sur les résidus chimiques*, Section 15, *Groupes de cultures*; 1998.

19. U. S.-FDA, *Pesticide Analytical Manual*, Volume I (PAM I), Section 102.

20. ARLA, Santé Canada, *Mélange en cuve de pesticides*, Procédure d'homologation provisoire, 2 janvier 1995.

21. CIBA-GEIGY Ltée, *Manual for Field Trials in Plant Protection*, 3rd Edition, Suisse, 1992.

22. Santé Canada, *Méthodes d'analyse des résidus de pesticide dans les aliments*, 2e édition, 1986, N° catalogue H49-33/1986F (ISBN 0-660-12213-8).

23. *FAO, Directives pour les essais de résidus de pesticides destinés à recueillir des données aux fins d'homologation des pesticides et d'établissement de limites maximales de résidus*, Bulletin phytosanitaire de la FAO, 29, (1/2) 1981.

APPENDICE I

ANNEXE 1

« Adopté provisoirement » par le 19e CCPR
ALINORM 87/24A para 251, 1987

Version révisée du ALINORM 87/24A, CCPR 1987, Appendice IV, annexe I,

Lignes directrices relatives à la taille minimale des échantillons de denrées agricoles devant être prélevés dans le cadre d'essais contrôlés au champ aux fins du dosage des résidus

Les Directives sur les essais de résidus de pesticides pour l'obtention de données applicables aux fins d'homologation de pesticides et d'établissement de limites maximales de résidus comportent une section sur l'échantillonnage qui précise la taille recommandée des échantillons pour diverses cultures choisies. L'expérience pratique acquise au cours des dernières années a révélé qu'il y avait lieu de revoir ces recommandations. Un groupe de travail spécial sur la collecte de données sur les résidus et l'échantillonnage au Canada (ARLA, Santé Canada) s'est penché sur la question et recommande de remplacer cette partie des directives par l'APPENDICE II, révisé par l'ARLA, qui fait suite à la présente APPENDICE I, comme document d'orientation pour les prélèvements d'échantillons. Les changements apportés visent à rendre le document encore plus explicite, notamment en donnant un caractère plus spécifique aux directives. Elles sont aussi modifiées de manière à ce qu'elles s'appliquent à des denrées dont il n'était pas question, mais qui sont produites ou importées au Canada.

Les principaux changements proposés découlent de l'adoption d'une politique générale selon laquelle il est préférable, sauf dans certains cas (p. ex., petits produits comme les petits fruits et les baies, les noix, les céréales et les légumes non mûrs), de prélever un certain nombre d'unités (plants ou parties de plants) que de récolter des échantillons d'un poids minimal.

Un certain nombre de cultures se prêtent bien à une récolte mécanique. Dans ce cas, on recommande de recueillir 12 échantillons primaires directement à partir de la récolteuse pendant que celle-ci se déplace dans la parcelle traitée.

Bien que la chose ne soit pas normalement recommandée, il est parfois nécessaire de prélever des sous-échantillons de produits volumineux ou lourds avant de les expédier au laboratoire chargé du dosage des résidus. Cette mesure ne doit être appliquée qu'en présence des problèmes d'échantillonnage mentionnés à l'appendice II. Il est extrêmement important de veiller à ce que les sous-échantillons soient représentatifs et d'éviter toute contamination ou détérioration du matériel. Il est également essentiel que le sous-échantillonnage soit réalisé dans une aire propre par des techniciens ayant reçu des instructions claires ou une formation appropriée.

Le Groupe de travail spécial a insisté sur le fait que les recommandations prévoyant le prélèvement d'échantillons d'une taille minimale s'appliquent aux échantillons de plantes cultivées parvenues au stade de développement où elles sont normalement récoltées à des fins de consommation qui sont prélevés dans le cadre d'essais contrôlés, lesquels sont souvent réalisés dans des parcelles relativement petites. Pour certaines cultures, il peut également être nécessaire de prélever des échantillons de plus grande taille si les limites de quantification des méthodes utilisées sont

particulièrement faibles (auquel cas il peut être nécessaire de prélever des échantillons analytiques plus gros) ou si l'on se propose de mesurer les concentrations de plusieurs résidus (auquel cas il devient nécessaire de prélever des échantillons analytiques de plus grande taille ou des échantillons multiples). La faible taille des échantillons requis pour la majorité des méthodes d'analyse n'est pas le principal facteur qui régit la taille des échantillons prélevés au champ. La représentativité du matériel prélevé au champ est le principal critère.

D'autres considérations interviennent dans la détermination de la taille des échantillons de plants n'ayant pas encore atteint leur maturité qui doivent être prélevés aux fins des études sur la réduction des résidus.

TAILLE RECOMMANDÉE DES ÉCHANTILLONS POUR LES ESSAIS AU CHAMP		
Type d'échantillon	**No code Codex**	**Recommandation (échantillon/parcelle)**
Effectuer l'échantillonnage des plants, des tubercules, etc. de manière à obtenir des échantillons de taille moyenne.		
LÉGUMES-RACINES		
Betterave fourragère/à sucre	VR 0596 AM 1051	12 plants
Pomme de terre	VR 0589	24 tubercules de taille moyenne ou 12 de grande taille provenant d'au moins 6 plants
Autres légumes-racines p. ex., carotte, betterave rouge, topinambour, patate douce, céleri-rave, navet, rutabaga, panais, raifort, salsifis, chicorée, radis, scorsonère	Groupe 016	12 échantillons de grande taille ou 24 (ou plus) de petite ou de moyenne taille pesant au moins 2 kg au total
Poireau	VA 0384	12 plants
Oignon de printemps	VA 0389	24 plants (ou plus si nécessaire, pour un échantillon pesant au moins 2 kg)
Ail, échalote	VA 0381 VA 0388	24 bulbes provenant d'au moins 12 plants
LÉGUMESFEUILLES		
Légumes à petites feuilles pour salade p. ex., cresson, pissenlit, mâche	Groupe 013	0,5 kg provenant d'au moins 12 plants (ou sites par parcelle)
Épinard, feuilles de chicorée	VL 0469 VL 0502 VL 0503	1 kg en provenance d'au moins 12 plants
Laitue	VL 0482 VL 0483	12 plants ou un échantillon d'au moins 1 kg provenant de 12 plants s'il s'agit de feuilles distinctes
Endive	VL 0476	12 plants
Chou fourrager	AV 0480 VL 0480	2 kg provenant d'au moins 12 plants, prélevés à au moins deux hauteurs différentes sur les plants
Crucifères verts p. ex., fourrages secs, colza, moutarde, oeillette	Groupe 023	2 kg provenant d'au moins 12 sites distincts dans la parcelle (b)

TAILLE RECOMMANDÉE DES ÉCHANTILLONS POUR LES ESSAIS AU CHAMP		
Type d'échantillon	**No code Codex**	**Recommandation (échantillon/parcelle)**
Effectuer l'échantillonnage des plants, des tubercules, etc. de manière à obtenir des échantillons de taille moyenne.		
Gros légumes du genre *Brassica* p. ex., chou-fleur, chou	Groupe 010	12 plants à maturité
Chou de Bruxelles Brocoli	Groupe 010	1 kg provenant d'au moins 12 plants, prélevé à au moins deux hauteurs différentes sur les plants
Chou-rave	VB 0405	12 plants à maturité
Céleri	VS 0624	12 plants à maturité
Rhubarbe	VS 0627	12 pétioles provenant d'au moins 12 plants différents, pour un échantillon pesant au moins 2 kg
Asperge	VS 0621	24 pousses provenant d'au moins 24 plants différents, pour un échantillon pesant au moins 2 kg
Artichaut	VS 0620	12 têtes à maturité
LÉGUMINEUSES		
Soja	VS 0541	1 kg de graines sans cosse provenant d'au moins 12 sites distincts sur la parcelle
Pois, Haricots (vert, commun, d'Espagne, etc.)	Grouep 014	1 kg (graines vertes fraîches ou séchées, selon le cas)
fève des marais (gourgane), haricots de grande culture, lentille	Groupe 015	1 kg (graines vertes fraîches)
MELONSLÉGUMES ET LÉGUMES-FRUITS		
Tomate, piment vert	Groupe 012	24 fruits de taille moyenne ou 12 de grande taille provenant de 12 plants (ou plus si nécessaire), pour un échantillon pesant au moins 2 kg
Aubergine	V.O. 0440	12 fruits provenant de 12 plants distincts
Concombre	V.O. 0424	12 fruits provenant de 12 plants distincts
Cornichon épineux, courgette, courge	Groupe 011	24 fruits (ou plus, si nécessaire) provenant d'au moins 12 plants, pour un échantillon pesant au moins 2 kg

TAILLE RECOMMANDÉE DES ÉCHANTILLONS POUR LES ESSAIS AU CHAMP		
Type d'échantillon	**No code Codex**	**Recommandation (échantillon/parcelle)**
Effectuer l'échantillonnage des plants, des tubercules, etc. de manière à obtenir des échantillons de taille moyenne.		
Gourde, citrouille	Groupe 011	12 fruits provenant de 12 plants distincts
Maïs sucré	V.O. 0447	12 épis (ou plus, si nécessaire, pour un échantillon pesant au moins 2 kg)
FRUITS		
Agrumes p. ex., orange, citron, clémentine, mandarine, pomelo, pamplemousse, tangelo, tangerine	Groupe 001	24 fruits cueillis à plusieurs endroits sur au moins 4 arbres (ou plus, si nécessaire, pour un échantillon pesant au moins 2 kg)
Fruits à pépins p. ex., pomme, poire, coing, nèfle	Groupe 002	
Fruits à gros noyau p. ex., abricot, nectarine, pêche, prune	Groupe 003	
Fruits à petit noyau	Groupe 003	1 kg cueilli en plusieurs endroits sur au moins 4 arbres
Divers petits fruits p.ex., olive, datte, figue	Groupe 005	1 kg cueilli en plusieurs endroits sur au moins 4 arbres
Raisin frais	FB 0269	12 grappes ou parties de 12 grappes cueillies sur des vignes différentes, pour un échantillon pesant au moins 1 kg
Melons-fruits p.ex., pastèque, cantaloup, melon brodé	Groupe 011	6 à 12 fruits en provenance de plants distincts
Gadelle, framboise bleuet, amélanche et autres petites baies	Groupe 004	0,5 kg provenant d'au moins 12 positions différentes sur plusieurs arbustes
Fraise, groseille	FB 0268 FB 0275 FB 0276	1 kg cueilli à au moins 12 positions différentes sur plusieurs plants
Banane	FI 0327	24 fruits cueillis à partir d'au moins 6 régimes sur des arbres différents, en plusieurs endroits sur chaque régime
Ananas	FI 0353	12 fruits

TAILLE RECOMMANDÉE DES ÉCHANTILLONS POUR LES ESSAIS AU CHAMP		
Type d'échantillon	**No code Codex**	**Recommandation (échantillon/parcelle)**
Effectuer l'échantillonnage des plants, des tubercules, etc. de manière à obtenir des échantillons de taille moyenne.		
Fruits divers p. ex., avocat, goyave, mangue, papaye, grenade, plaqueminier, kiwi, litchi	Groupe 006	24 fruits de taille moyenne cueillis sur au moins 4 arbres ou plants différents (ou plus, si nécessaire, pour un échantillon pesant au moins 2 kg)
Céréales		
p. ex., blé, orge, avoine, seigle, triticale et autres céréales à grains de petite taille; maïs (grains détachés de l'épi), riz, sorgho	Groupe 020	1 kg prélevé dans au moins 12 sites distincts dans une parcelle ou un lot traité (applicable aux essais au champ et aux essais post-récolte)
Paille des céréales et graminées énumérées ci-dessus (comme litière seulement)	Groupe 051	0,5 kg prélevé dans au moins 12 sites distincts dans une parcelle (b)
Maïs paille/fourrage sec (aliments pour animaux)	AF 0645	12 plants (a)
Fourrages verts/ensilages luzerne, trèfle, haricot et pois fourragers, vesce, sainfoin, lotier des prés, fourrage sec de soja, seigle, fourrage sec de céréales, sorgho (aliments pour animaux)	Groupe 050	1 kg récolté dans au moins 12 sites distincts dans la parcelle
Paille sèche des cultures énumérées ci-dessus (aliments pour animaux)	Groupe 050	0,5 kg récolté dans au moins 12 sites dans la parcelle (b)
Arachide	SO 0697	1 kg provenant d'au moins 24 plants
FRUITS À COQUE D'ESPÈCES ARBORESCENTES		
Noix, châtaigne amande, etc.	Groupe 022	1 kg (avec ou sans la coque)
Noix de coco	TN 0665	12 noix de coco (coque et lait)
OLÉAGINEUX		
Colza, graine de lin et de moutarde	Groupe 023	0,5 kg récolté dans au moins 12 sites distincts dans la parcelle (b)

TAILLE RECOMMANDÉE DES ÉCHANTILLONS POUR LES ESSAIS AU CHAMP		
Type d'échantillon	**No code Codex**	**Recommandation (échantillon/parcelle)**
Effectuer l'échantillonnage des plants, des tubercules, etc. de manière à obtenir des échantillons de taille moyenne.		
Tournesol, carthame	SO 0702	21 capitules ou 1 kg de graines récoltées dans au moins 12 sites distincts dans la parcelle (b)
Graine de coton	SO 0691	12 capsules ou 1 kg avec ou sans fibres
AUTRES CULTURES		
Herbes condimentaires et médicinales p. ex., persil, thym	Groupe 027 Groupe 028 Groupe 057	0.5 kg (frais) 0.2 kg (sec)
Thé	Groupe 066	0,2 kg (feuilles sèches)
Champignon	VO 0450	12 champignons ou plus, pour un échantillon pesant au moins 0,5 kg
Canne à sucre	GS 0659	12 segments de tige de 20 cm de longueur cueillis dans au moins 12 sites dans la parcelle (a)
Houblon	DM 1100	0,5 kg (cônes secs)
Bière, vin, cidre, jus de fruits	Groupe 070	1 litre

a) Diviser chaque tige portant des feuilles en trois segments d'égale longueur. Prélever les portions supérieure, médiane et inférieure, respectivement, de chacun de trois groupes de quatre tiges, en veillant à ce que toutes les parties des 12 tiges soient incluses dans l'échantillon.

b) Pour les cultures faisant l'objet d'une récolte mécanique, les échantillons peuvent être prélevés directement à partir de la récolteuse pendant la récolte.

APPENDICE II

TABLEAU 1 - NOMBRE MINIMAL D'ESSAIS AU CHAMP À RÉALISER ET D'ÉCHANTILLONS TRAITÉS À PRÉLEVER ET SUPERFICIE ET APPORT ALIMENTAIRE SELON LE TYPE DE CULTURE

CULTURE	SUPERFICIE 1991 ACRES*	SUPERFICIE 1995 ACRES*	SUPERFICIE 1991 HECTARES	SUPERFICIE 1995 HECTARES	APPORT ALIM.	NOMBRE MINIMAL D'ESSAIS	NOMBRE MINIMAL ÉCHANT. TRAITÉS
GRANDES CULTURES							
BLÉ	34 997 892	28 141 800	14 163 143	11 388 300	10,10	20	40
FOIN CULTIVÉ [1]	14 793 563	16 430 500	5 986 742	6 649 000	< 0,10	12	24
CANOLA	7 762 385	13 215 000	3 141 325	5 348 000	< 0,40	16	32
ORGE	11 180 156	11 506 200	4 524 448	4 656 300	0,10	16	32
AVOINE	3 047 074	3 883 000	1 233 107	1 571 400	0,75	16	32
MAÏS-GRAIN	2 732 235	2 477 400	1 105 696	1 002 500	0,12	12	24
GRAINE DE LIN	1 236 107	2 165 000	500 235	876 100	< 0,10	8	16
SOJA	1 478 812	2 028 700	598 454	821 000	< 0,40	12	24
POIS SECS DE GRANDE CULTURE	495 649	2 025 000	200 582	819 400	< 0,10	8	16
LENTILLE	589 297	820 000	238 480	331 800	< 0,10	5	10
GRAINE DE MOUTARDE	279 274	660 000	113 018	267 000	< 0,10	5	10
SEIGLE	637 494	459 700	257 985	186 000	0,16	8	16
MAÏS À ENSILAGE	491 498	424 000	198 902	171 500	< 0,10	5	10
GRAINE D'ALPISTE DES CANARIES	237 436	365 000	96 087	147 600	< 0,10	5	10
POMME DE TERRE	302 435	350 000	122 391	141 640	5,80	16	32
HARICOTS SECS DE GRANDE CULTURE	235 496	265 900	95 302	107 600	< 0,02	5	10
TOURNESOL	206 049	120 000	83 385	48 600	< 0,02	5	10
TABAC[2]	74 131	64 550	30 000	26 122	< 0,02	5	10
BETTERAVE À SUCRE	61 543	61 500	24 906	24 900	< 0,02	5	10
TRITICALE	19 702	57 000	7 973	23 067	< 0,02	5	10
SARRASIN	58 430	42 400	23 646	17 100	< 0,02	5	10
MILLET-GRAIN	39 814	-	16 112	-	< 0,02	5	10

1 Englobe la luzerne et les mélanges de luzerne, les autres foins cultivés, les semences fourragères et le gazon.

2 Les estimations de la superficie en 1995 ne sont pas disponibles. Les estimations de 1994 sont utilisées.

TABLEAU 1 - NOMBRE MINIMAL D'ESSAIS AU CHAMP À RÉALISER ET D'ÉCHANTILLONS TRAITÉS À PRÉLEVER ET SUPERFICIE ET APPORT ALIMENTAIRE SELON LE TYPE DE CULTURE

CULTURE	SUPERFICIE 1991 ACRES[a]	SUPERFICIE 1993 ACRES[a]	SUPERFICIE 1991 HECTARES	SUPERFICIE 1993 HECTARES	APPORT ALIM.	NOMBRE MINIMAL D'ESSAIS	NOMBRE MINIMAL ÉCHANT. TRAITÉS
CARTHAME	6 719	5 000	2 719	2 023	< 0,02	3	6
GRAINE DE CARVI	1 659	-	671	-	< 0,02	2	8
GINSENG	1 337	-	541	-	< 0,02	2	8
LÉGUMES							
MAÏS SUCRÉ	89 026	84 636	36 027	34 251	0,52	8	16
POIS VERT	48 727	45 718	19 719	18 501	0,37	8	16
TOMATE	29 584	27 788	11 972	11 245	1,75	12	24
HARICOTS VERT OU JAUNE	22 190	24 250	8 980	9 814	0,66	5	10
CAROTTE	18 875	21 049	7 639	8 518	0,63	5	10
CHOU	10 577	12 744	4 280	5 157	0,36	5	10
OIGNON SEC	10 876	12 187	4 401	4 932	0,21	5	10
BROCOLI	8 779	9 036	3 553	3 657	0,09	5	10
LAITUE	7 693	8 167	3 113	3 305	0,45	5	10
CHOU-FLEUR	7 558	7 175	3 059	2 904	0,05	5	10
COURGE COURGETTE ET CITROUILLE	6 915	7 076	2 798	2 864	0,06	5	10
CONCOMBRE ET CORNICHON	6 940	7 061	2 809	2 857	0,34	5	10
TOPINAMBOUR	6 200	6 035	2 509	2 442	0,16	5	10
PIMENT	5 164	5 347	2 090	2 164	0,04	5	10
ASPERGE	4 128	3 013	1 671	1 219	0,08	5	10
BETTERAVE	2 000	2 546	810	1 030	0,07	5	10
RADIS	1 884	2 197	763	889	< 0,02	3	6
CÉLERI	2 205	2 017	892	816	0,17	5	10
OIGNON VERT ET ÉCHALOTE	1 334	1 573	540	637	< 0,02	2	8
ÉPINARD	1 232	1 407	499	569	≥ 0,02	3	6
CHOU DE BRUXELLES	1 442	1 377	584	557	< 0,02	2	8
CHOU CHINOIS	1 304	-	528	-	< 0,02	2	8
PANAIS	682	1 019	276	412	0,02	3	6

TABLEAU 1 - NOMBRE MINIMAL D'ESSAIS AU CHAMP À RÉALISER ET D'ÉCHANTILLONS TRAITÉS À PRÉLEVER ET SUPERFICIE ET APPORT ALIMENTAIRE SELON LE TYPE DE CULTURE

CULTURE	SUPERFICIE 1991 ACRES[3]	SUPERFICIE 1996 ACRES[3]	SUPERFICIE 1991 HECTARES	SUPERFICIE 1996 HECTARES	APPORT ALIM.	NOMBRE MINIMAL D'ESSAIS	NOMBRE MINIMAL ÉCHANT. TRAITÉS
POIREAU	385	794	156	321	< 0,02	2	8
RHUBARBE	511	511	207	207	0,06	3	6
FRUITS							
POMME	86 136	80 780	34 858	32 690	2,41	12	24
BLEUET	64 152	75 023	25 961	30 361	0,07	8	16
FRAISE	17 764	19 123	7 189	7 739	0,25	5	10
RAISIN FRAIS	16 321	16 120	6 605	6 524	0,28	5	10
FRAMBOISE	10 031	10 660	4 060	4 314	0,06	5	10
PÊCHE	10 720	9 530	4 338	3 857	0,40	5	10
POIRE	5 719	5 359	2 314	2 169	0,22	5	10
CERISE	5 360	5 025	2 170	2 034	0,06	5	10
CANNEBERGE	3 354	4 415	1 357	1 787	< 0,02	3	6
PRUNE ET PRUNEAU	2 865	2 455	1 159	994	0,13	5	10
MELON	1 039	1 230	420	498	0,38	3	6
AMÉLANCHE	556	1 100	225	445	< 0,02	2	8
ABRICOT	918	835	371	338	0,04	3	6
NECTARINE	204	690	83	279	0,03	3	6
NOISETTE ET AVELINE	642	-	260	-	< 0,02	2	8
CULTURES DE SERRE	(PIEDS CARRÉS)	(PIEDS CARRÉS)	(MÈTRES CARRÉS)	(MÈTRES CARRÉS)			
TOMATE[2]	14 951 582	14 503 100	1 389 047	1 347 382		2	8
CONCOMBRE[2]	11 554 139	12 357 900	1 073 415	1 148 086		2	8
PIMENT [2]	1 899 389	2 338 710	176 459	217 273		2	8
LAITUE[2]	1 308 686	1 401 250	121 581	130 180		2	8
CHAMPIGNON[2]	6 844 430	7 033 000	635 868	653 387		2	8

3. Sources: ***Profil agricole du Canada - Partie 1*** (n° 93-350 au catalogue) + données inédites tirées du Recensement de l'agriculture de 1991 de Statistique Canada.

4. Sources: ***Série de rapports sur les grandes cultures*** (n° 22-002 au catalogue), ***Production de fruits et légumes*** (n° 22-003 au catalogue) et ***L'industrie des cultures de serre*** (n° 22-202 au catalogue), Statistique Canada.

APPENDICE III

TABLEAU 2 - NOMBRE REQUIS D'ESSAIS AU CHAMP SELON LA CULTURE ET LA RÉGION												
CULTURE	RÉGION											
	TOTAL	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
GRANDES CULTURES												
BLÉ	20			2			7	1				10
FOIN CULTIVÉ[1]	12	1		2	1	1	1					6
CANOLA	16			1			1					14
ORGE	16			1		1	2					12
AVOINE	16	1		1	1	1	2					10
MAÏS-GRAIN	12			8		4						
GRAINE DE LIN	8			2			1					5
SOJA	12			11		1						
POIS SECS DE GRANDE CULTURE	8			2								6
LENTILLE	5			1			2					2
GRAINE DE MOUTARDE	5						2					3
SEIGLE	8			1			3					4
MAÏS À ENSILAGE	5			3		2						
GRAINE D'ALPISTE DES CANARIES	5						4					1
POMME DE TERRE	16	3	4	3	1	1		1			1	2
HARICOTS SECS DE GRANDE CULTURE	5			4	-			1				

[1] Englobe la luzerne et les mélanges de luzerne, les autres foins cultivés, les semences fourragères et le gazon.

TABLEAU 2 - NOMBRE REQUIS D'ESSAIS AU CHAMP SELON LA CULTURE ET LA RÉGION													
CULTURE	RÉGION												
	TOTAL	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
TOURNESOL	5			2			1					2
TABAC	5			4		1						
BETTERAVE À SUCRE	5			2				2				1
TRITICALE	5			1			2					2
SARRASIN	5			1	1	1						2
MILLET-GRAIN	5			1			1					3
CARTHAME	3						1	1				1
GRAINE DE CARVI	2						1					1
GINSENG	2			1						1		
LÉGUMES												
MAÏS SUCRÉ	8			4		2		1			1	
POIS VERT	8	1	1	3		2					1	
TOMATE	12			11		1						
HARICOTS VERT OU JAUNE	5		1	2		2						
CAROTTE	5		1	2		2						
CHOU	5			2		2					1	
OIGNON SEC	5			3		2						
BROCOLI	5			2		2					1	
LAITUE	5			1		3					1	
CHOU-FLEUR	5			2		2					1	

TABLEAU 2 - NOMBRE REQUIS D'ESSAIS AU CHAMP SELON LA CULTURE ET LA RÉGION												
CULTURE	RÉGION											
	TOTAL	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
COURGE, COURGETTE ET CITROUILLE	5		1	2		1					1	
CONCOMBRE ET CORNICHON	5			2		2					1	
RUTABAGA	5		1	2	1	1						
PIMENT	5			4		1						
ASPERGE	5			3		1				1		
BETTERAVE	5			2	1	2						
RADIS	3			1		2						
CÉLERI	5			2		3						
OIGNON VERT ET ÉCHALOTE	2			1		1						
ÉPINARD	3			1		1					1	
CHOU DE BRUXELLES	2					1					1	
CHOU CHINOIS	2			1		1						
PANAIS	3		1	1		1						
POIREAU	2			1		1						
RHUBARBE	3			1		1					1	
FRUITS												
POMME	12	1	1	4		3				3		
BLEUET	8	1	3		3						1	
FRAISE	5	1		1	1	1					1	

TABLEAU 2 - NOMBRE REQUIS D'ESSAIS AU CHAMP SELON LA CULTURE ET LA RÉGION												
CULTURE	RÉGION											
	TOTAL	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
RAISIN FRAIS	5			4						1		
FRAMBOISE	5			1		1					3	
PÊCHE	5			4						1		
POIRE	5		1	3						1		
CERISE	5			3						2		
CANNEBERGE	3					1					2	
PRUNE ET PRUNEAU	5		1	3						1		
MELON	3			2		1						
AMÉLANCHE	2						1					1
ABRICOT	3			1						2		
NECTARINE	3			2						1		
NOISETTE ET AVELINE	2									1	1	
CULTURES DE SERRE												
TOMATE	2			1		1						
CONCOMBRE	2			1							1	
PIMENT	2			1							1	
LAITUE	2			1		1						
CHAMPIGNON	2			1							1	

APPENDICE IV

TABLEAU 3.1 - SUPERFICIE (HECTARES) DES CULTURES PAR RÉGION RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
GRANDES CULTURES											
BLÉ	4 439	6 128	818 103	23 874	36 945	5 295 587	415 606	17 151	7 467	523	7 537 319
FOIN CULTIVÉ[1]	371 189	119 594	861 066	406 317	548 656	420 943	59 989	83 910	177 751	44 490	2 892 833
CANOLA	18	39	155 260	7 925	547	140 545	21 541	14 821	6 341	15	2 794 275
ORGE	55 745	39 372	291 211	52 203	120 059	425 408	96 284	17 274	14 639	943	3 411 310
AVOINE	38 179	11 479	87 464	46 359	47 096	153 766	6 472	11 468	9 680	1 226	819 918
MAÏS-GRAIN	7 146	1 729	718 949	7 418	359 802	1 136	2 121	15	147	52	7 180
GRAINE DE LIN	-	8	127 616	4 082	34	47 415	4 127	127	77	--	316 748
SOJA	486	2 563	557 153	954	36 943	64	14	-	2	-	275
POIS SECS DE GRANDE CULTURE	122	221	35 692	396	418	7 205	1 781	400	228	8	154 110
LENTILLE	94	-	31 994	136	1	118 464	1 350	-	--	-	86 440
GRAINE DE MOUTARDE	44	44	737	10	35	35 172	7 082	-	12	-	69 880
SEIGLE	1 034	1 984	28 972	728	3 259	100 821	2 904	690	674	203	116 714
MAÏS À ENSILAGE	4 615	2 813	111 719	10 055	44 550	3 108	1 732	148	3 659	5 681	10 820
GRAINE D'ALPISTE DES CANARIES	-	-	5 927	39	-	74 781	68	-	-	-	15 272
POMME DE TERRE	22 729	33 274	23 531	6 205	10 617	2 335	6 855	114	534	2 720	13 476

1 Englobe la luzerne et les mélanges de luzerne, les autres foins cultivés, les semences fourragères et le gazon.
- Superficie nulle
-- Superficie trop faible pour être exprimée.

TABLEAU 3.1 - SUPERFICIE (HECTARES) DES CULTURES PAR RÉGION RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
HARICOTS SECS DE GRANDE CULTURE	81	801	72 964	943	4 334	2 969	8 235	-	1	26	4 947
TOURNESOL	6	-	40 344	173	51	2 957	499	-	4	3	39 348
TABAC	99	888	26 937	41	2 035	-	-	-	-	-	-
BETTERAVE À SUCRE	-	-	10 140	7	-	1 069	10 568	-	-	-	3 122
TRITICALE	23	76	950	66	73	2 390	633	1	43	34	3 683
SARRASIN	528	195	7 191	2 012	3 458	348	-	3	4	2	9 905
MILLET-GRAIN	403	-	3 275	527	555	1 338	8	-	-	-	10 006
CARTHAME	-	-	42	-	--	607	1 280	-	-	-	790
GRAINE DE CARVI	7	3	150	-	-	269	20	-	-	-	222
GINSENG	-	2	390	1	--	-	-	-	86	20	40
LÉGUMES											
MAÏS SUCRÉ	656	458	19 637	740	11 137	199	1 259	8	323	1 357	253
POIS VERT	1 505	1 456	8 767	34	4 654	50	856	25	153	1 666	552
TOMATE	82	41	10 567	61	1 070	5	2	1	103	22	18
HARICOTS VERT OU JAUNE	293	855	3 308	97	3 366	67	153	1	114	687	39
CAROTTE	198	831	2 397	320	3 154	138	145	4	44	212	197
CHOU	173	236	1 596	201	1 476	79	45	6	27	264	175
OIGNON SEC	10	64	2 563	27	1 427	8	69	--	48	122	62

TABLEAU 3.1 - SUPERFICIE (HECTARES) DES CULTURES PAR RÉGION RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
BROCOLI	142	174	1 132	120	1 281	16	6	1	37	589	53
LAITUE	48	131	652	50	1 825	16	3	1	11	348	27
CHOU-FLEUR	118	86	1 299	60	936	4	26	--	31	412	86
COURGE, COURGETTE ET CITROUILLE	112	181	1 498	60	566	87	41	2	35	187	29
CONCOMBRE ET CORNICHON	39	41	1 396	57	985	25	21	2	41	120	82
RUTABAGA	142	289	968	313	612	42	23	5	11	64	40
PIMENT	11	10	1 526	8	457	2	--	--	35	35	5
ASPERGE	16	7	1 215	20	247	1	1	10	134	13	6
BETTERAVE	36	36	248	67	314	13	2	1	9	52	30
RADIS	4	4	204	10	431	23	9	--	6	52	19
CÉLERI	3	5	294	4	492	1	4	3	3	77	6
OIGNON VERT ET ÉCHALOTE	8	7	217	12	197	18	4	--	4	55	16
ÉPINARD	5	36	205	6	177	6	2	--	10	39	13
CHOU DE BRUXELLES	27	37	91	8	133	1	--	--	21	264	2
CHOU CHINOIS	4	4	334	9	112	1	--	--	1	36	26
PANAIS	1	29	97	16	101	8	2	1	1	7	14
POIREAU	4	--	30	5	109	-	-	-	1	7	1

TABLEAU 3.1 - SUPERFICIE (HECTARES) DES CULTURES PAR RÉGION RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
RHUBARBE	4	17	85	6	53	2	1	1	1	29	8
FRUITS											
POMMES	1 836	3 879	12 703	411	7 967	5	--	136	7 604	289	27
BLEUET	3 765	10 955	221	8 989	131	-	-	6	25	1 851	19
FRAISE	836	522	1 894	821	1 841	39	5	8	107	799	316
RAISIN FRAIS	46	69	5 637	7	59	3	-	--	706	74	2
FRAMBOISE	220	59	430	187	643	13	--	5	132	2 293	77
PÊCHE	3	32	3 566	--	9	--	--	5	708	14	--
POIRE	15	200	1 455	5	57	1	-	6	532	41	2
CERISE	14	26	1 251	6	25	1	--	8	798	35	5
CANNEBERGE	1	42	2	25	148	--	-	-	1	1 137	--
PRUNE ET PRUNEAU	24	57	733	18	45	2	--	4	229	44	4
MELON	4	9	259	1	112	--	1	-	32	1	1
AMÉLANCHE	--	-	21	--	-	24	--	3	1	--	175
ABRICOT	--	1	86	1	1	--	-	3	272	5	1
NECTARINE	-	1	46	-	-	-	-	--	35	--	-
NOISETTE ET AVELINE	-	--	26	--	-	-	-	-	84	149	-
CULTURES DE SERRE	(MÈTRES CARRÉS)										
TOMATE	112 380	36 826	669 227	76 857	249 928	11 617	2 123	2 717	26 354	171 319	29 699

TABLEAU 3.1 - SUPERFICIE (HECTARES) DES CULTURES PAR RÉGION RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
CONCOMBRE	41 711	25 394	576 883	19 526	92 203	91 960	20 132	2 223	27 286	144 905	31 191
PIMENT	1 558	1 013	60 155	876	1 588	72	-	26	496	110 256	419
LAITUE	5 670	1 544	27 275	10 246	46 455	44	580	68	1 113	26 160	2 426
CHAMPIGNON	9 823	6 246	308 727	3 733	53 283	2 823	-	620	8 796	200 945	40 872

TABLEAU 3.2 - SUPERFICIE (ACRES) DES CULTURES PAR RÉGION - RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
GRANDES CULTURES											
BLÉ	10 970	15 142	2 021 577	58 995	91 294	13 085 681	1 026 985	42 382	18 451	1 292	18 625 123
FOIN CULTIVÉ [1]	917 229	295 524	2 127 740	1 004 032	1 355 758	1 040 172	148 236	207 346	439 233	109 938	7 148 346
CANOLA	45	96	383 655	19 583	1 352	347 294	53 229	36 624	15 669	38	6 904 805
ORGE	137 748	97 290	719 597	128 997	296 673	1 051 206	237 924	42 686	36 174	2 331	8 429 532
AVOINE	94 343	28 364	216 128	114 556	116 377	379 964	15 993	28 337	23 920	3 030	2 026 061
MAÏS-GRAIN	17 659	4 273	1 776 562	18 330	889 090	2 806	5 242	36	364	129	17 743
GRAINE DE LIN	-	19	315 345	10 088	84	117 165	10 197	315	191	1	782 701
SOJA	1 201	6 333	1 376 754	2 358	91 288	157	35	-	5	-	680
POIS SECS DE GRANDE CULTURE	302	547	88 198	978	1 034	17 803	4 402	989	564	20	380 814
LENTILLE	233	-	79 060	336	3	292 730	3 337	-	1	-	213 597
GRAINE DE MOUTARDE	108	109	1 822	24	87	86 913	17 501	-	30	-	172 677
SEIGLE	2 555	4 903	71 591	1 798	8 053	249 134	7 177	1 705	1 666	502	288 407
MAÏS À ENSILAGE	11 404	6 952	276 064	24 846	110 086	7 679	4 279	365	9 042	14 039	26 736
GRAINE D'ALPISTE DES CANARIES	-	-	14 646	96	-	184 788	167	-	-	-	37 739
POMME DE TERRE	56 165	82 222	58 147	15 334	26 236	5 770	16 938	282	1 319	6 722	33 300

[1] Englobe la luzerne et les mélanges de luzerne, les autres foins cultivés, les semences fourragères et le gazon.
- Superficie nulle
-- Superficie trop faible pour être exprimée.

TABLEAU 3.2 - SUPERFICIE (ACRES) DES CULTURES PAR RÉGION - RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
HARICOTS SECS DE GRANDE CULTURE	200	1 980	180 297	2 331	10 710	7 336	20 350	-	3	65	12 225
TOURNESOL	15	-	99 691	427	127	7 306	1 232	-	9	8	97 232
TABAC	244	2 194	66 563	101	5 029	-	-	-	-	-	-
BETTERAVE À SUCRE	-	-	25 056	17	-	2 641	26 115	-	-	-	7 714
TRITICALE	56	189	2 347	164	181	5 907	1 563	2	106	84	9 102
SARRASIN	1 305	482	17 770	4 971	8 544	860	-	7	9	6	24 476
MILLET-GRAIN	996	-	8 093	1 302	1 371	3 306	21	-	-	-	24 725
CARTHAME	-	-	104	-	1	1 500	3 163	-	-	-	1 951
GRAINE DE CARVI	17	8	371	-	-	664	50	-	-	-	549
GINSENG	-	6	964	2	1	-	-	-	213	50	100
LÉGUMES											
MAÏS SUCRÉ	1 621	1 132	48 523	1 828	27 521	492	3 111	20	799	3 353	625
POIS VERT	3 719	3 598	21 665	85	11 499	123	2 116	63	379	4 117	1 364
TOMATE	202	101	26 111	152	2 644	13	6	3	255	54	45
HARICOTS VERT OU JAUNE	724	2 113	8 174	239	8 317	164	378	2	282	1 698	97
CAROTTE	489	2 052	5 924	790	7 793	342	358	9	108	523	487
CHOU	429	583	3 945	498	3 648	195	111	16	66	653	434
OIGNON SEC	25	158	6 334	67	3 527	20	172	1	119	302	152

TABLEAU 3.2 - SUPERFICIE (ACRES) DES CULTURES PAR RÉGION - RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
BROCOLI	352	431	2 797	297	3 166	41	16	1	92	1 456	131
LAITUE	118	324	1 611	124	4 509	40	9	3	28	860	68
CHOU-FLEUR	292	214	3 211	147	2 313	9	64	1	76	1 019	212
COURGE, COURGETTE ET CITROUILLE	276	448	3 702	147	1 398	216	102	5	87	462	72
CONCOMBRE ET CORNICHON	97	101	3 450	140	2 435	61	53	5	101	295	202
RUTABAGA	351	715	2 392	773	1 511	105	58	13	27	158	98
PIMENT	27	24	3 770	20	1 130	6	1	--	87	86	13
ASPERGE	40	17	3 002	49	611	3	2	25	331	31	16
BETTERAVE	90	90	614	167	775	32	5	2	21	129	75
RADIS	9	10	503	25	1 066	57	22	1	15	130	47
CÉLERI	7	12	726	11	1 217	2	10	7	9	191	15
OIGNON VERT ET ÉCHALOTE	20	17	537	29	487	45	11	1	10	135	41
ÉPINARD	14	88	505	14	437	15	5	--	26	97	31
CHOU DE BRUXELLES	66	91	224	21	328	1	1	--	52	653	4
CHOU CHINOIS	10	10	825	23	277	2	1	--	2	89	65
PANAIS	2	71	239	39	250	19	6	1	3	18	34
POIREAU	9	1	73	12	268	-	-	-	2	16	2

TABLEAU 3.2 - SUPERFICIE (ACRES) DES CULTURES PAR RÉGION - RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
RHUBARBE	10	42	210	16	131	5	2	1	4	71	20
FRUITS											
POMME	4 536	9 585	31 389	1 017	19 686	12	1	337	18 790	715	68
BLEUET	9 303	27 071	547	22 213	323	-	-	14	61	4 573	48
FRAISE	2 067	1 291	4 680	2 029	4 550	97	12	20	265	1 974	780
RAISIN FRAIS	115	170	13 929	18	146	8	-	1	1 745	183	5
FRAMBOISE	544	145	1 063	461	1 589	33	1	13	327	5 666	190
PÊCHE	7	80	8 813	1	21	--	--	13	1 750	35	--
POIRE	37	493	3 596	11	141	2	-	16	1 316	102	5
CERISE	35	64	3 090	16	62	3	--	20	1 972	87	12
CANNEBERGE	3	105	5	62	365	--	-	-	3	2 811	--
PRUNE ET PRUNEAU	60	141	1 811	44	111	4	--	9	566	108	10
MELON	10	22	641	2	277	1	1	-	80	3	3
AMÉLANCHE	--	-	53	1	-	60	1	7	3	1	431
ABRICOT	1	3	212	3	4	1	-	6	673	13	2
NECTARINE	-	2	113	-	-	-	-	1	87	--	-
NOISETTE ET AVELINE	-	--	65	--	-	-	-	-	208	369	-
CULTURES DE SERRE	(PIEDS CARRÉS)										
TOMATE	1 209 649	396 391	7 203 497	827 286	2 690 200	125 045	22 854	29 247	283 667	1 844 067	319 680

TABLEAU 3.2 - SUPERFICIE (ACRES) DES CULTURES PAR RÉGION - RECENSEMENT DE L'AGRICULTURE DE 1991											
CULTURE	RÉGION										
	1	1A	5	5A	5B	7	7A	9	11	12	14
CONCOMBRE	448 973	273 342	6 209 515	210 174	992 464	989 847	216 704	23 928	293 699	1 559 748	335 738
PIMENT	16 770	10 900	647 502	9 426	17 097	770	-	275	5 343	1 186 791	4 515
LAITUE	61 036	16 622	293 590	110 282	500 041	473	6 242	733	11 975	281 582	26 109
CHAMPIGNON	105 731	67 232	3 323 112	40 185	573 534	30 385	-	6 674	94 683	2 162 951	439 943

APPENDICE V

ANNEXE II

Nombre d'essais au champ requis aux fins d'homologation restreinte à une région - homologation provinciale

En divers endroits du présent document, des précisions additionnelles ont été fournies concernant les données à recueillir dans le cadre des essais au champ aux fins de l'établissement des limites maximales de résidus (LMR) requises pour l'homologation nationale. La présente annexe fournit des précisions sur le nombre d'essais au champ requis aux fins de l'établissement des LMR requises en cas d'homologation restreinte à une région ou d'homologation provinciale. Les exigences relatives à l'échantillonnage et d'autres critères, déjà présentés dans d'autres sections du présent document, valent également dans le cas des exigences relatives aux données décrites dans la présente annexe. Le diagramme présenté à la suite du texte vise à faciliter la compréhension des exigences.

L'établissement de LMR aux fins de l'homologation provinciale peut s'appliquer à des utilisations dans des cultures dominantes ou dans des cultures sur surfaces réduites. Les remarques suivantes font référence aux besoins de données en vue de l'établissement de LMR dans des cultures dans le cadre d'homologations provinciales.

Le nombre requis d'essais au champ pour l'établissement d'une LMR aux fins de l'homologation provinciale se calcule en multipliant le nombre d'essais au champ requis pour une culture donnée aux fins de l'établissement d'une LMR ou de l'homologation à l'échelle nationale par l'importance relative (en hectares ou en acres) de cette même culture dans la province, le produit étant arrondi à l'unité. Toutefois, le nombre d'essais ne doit jamais être inférieur à deux, peu importe la superficie de la culture dans la province visée par la demande d'homologation. Deux échantillons composés par parcelle sont généralement requis. Lorsque trois essais ou moins sont requis aux fins de l'homologation, le demandeur peut choisir l'une ou l'autre des options suivantes : 1) réaliser deux essais au champ, en prélevant chaque fois un échantillon composé/parcelle dans quatre parcelles distinctes traitées à la dose 1X, c.-à-d. un échantillon composé provenant de chacune de quatre parcelles traitées séparément, soit, au total, quatre échantillons par essai au champ; b) réaliser trois essais au champ, en différents endroits, en prélevant deux échantillons composés/parcelle dans un certain nombre de parcelles traitées à la dose de 1X.[1]

Les sites d'essais doivent être représentatifs des conditions de croissance observées à l'échelle de la région couverte par l'homologation provinciale. Afin de satisfaire à cette exigence, le demandeur pourrait devoir réaliser un plus grand nombre d'essais au champ par rapport au nombre calculé en utilisant uniquement la proportion provinciale de l'exigence nationale.

Pour les provinces qui renferment plus d'une région d'essais au champ, les mêmes lignes directrices régissant le nombre d'essais à réaliser à l'échelle nationale s'appliquent [c.-à-d.,

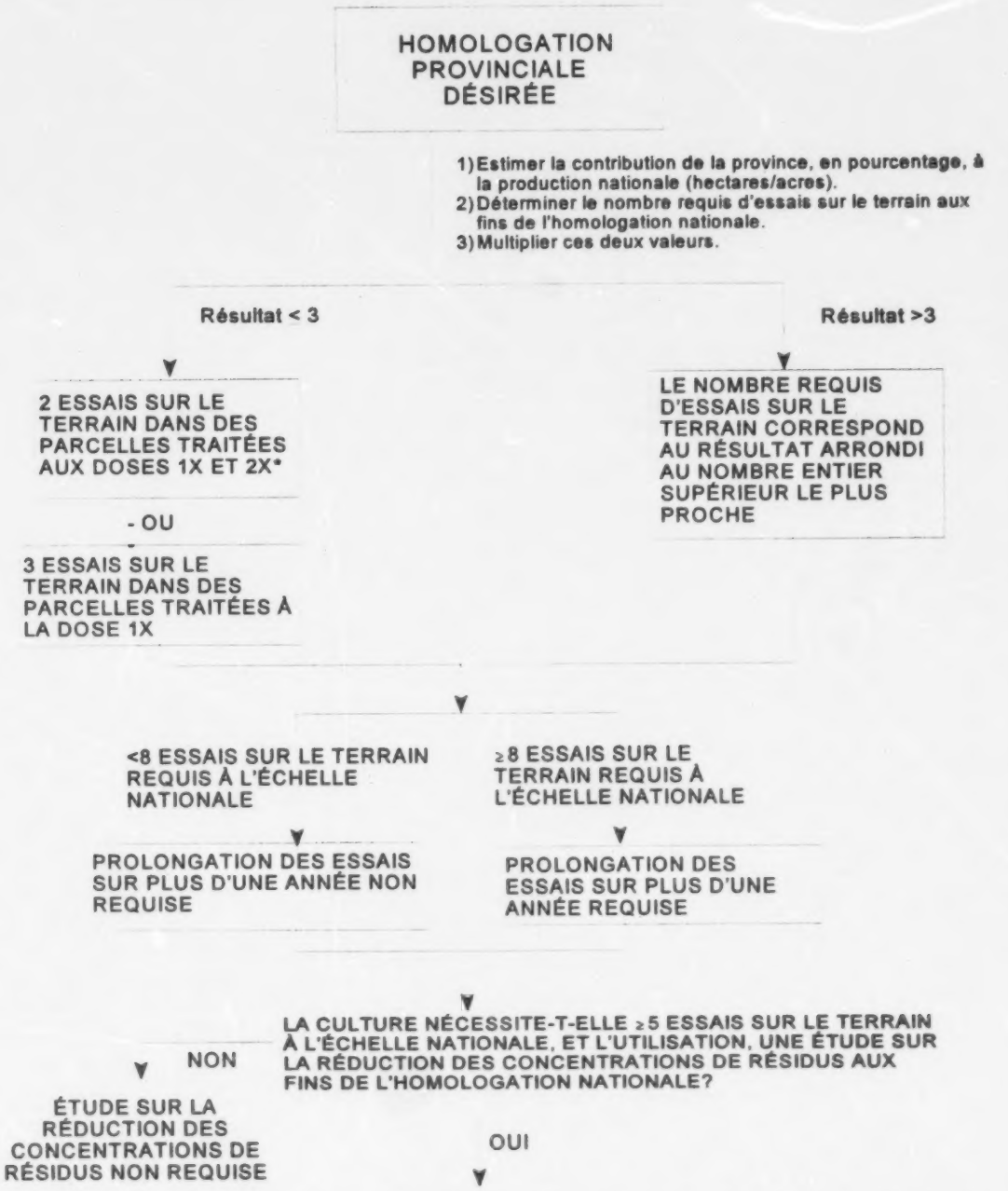
[1] Deux options en matière de schéma expérimental. Voir l'annexe III (Appendice VI).

nombre d'essais au champ selon la région (tableau 2, appendice III) et circonstances autorisant une réduction du nombre d'essais]. Dans une province qui comporte plus d'une région de culture, les essais requis doivent être répartis entre les régions de culture approximativement au prorata du nombre de régions de culture à l'échelle nationale. On doit effectuer au moins un essai pour chacune des régions de culture située dans une province lorsqu'il faut procéder à un essai national.

Si la demande d'homologation vise deux provinces voisines ou plus, les données recueillies dans une province pourront être appliquées à une province voisine seulement si les conditions suivantes sont satisfaites : 1) les provinces concernées, ou les parties de ces provinces, sont situées dans la même région géographique (selon les descriptions présentées dans le présent document); 2) le nombre d'essais au champ réalisés dans la province est suffisamment élevé pour qu'on puisse considérer que les exigences relatives à la superficie (hectares/acres) de la culture dans les deux provinces énoncées ci-haut sont respectées; 3) les essais au champ sont réalisés dans des endroits présentant des caractéristiques suffisamment différentes pour qu'on puisse présumer que les conditions de croissance observées dans les deux provinces sont représentées.

Aux fins de l'homologation provinciale, les essais au champ doivent se prolonger sur plus d'une saison de croissance s'il s'agit de cultures nécessitant au moins huit essais au champ à l'échelle nationale. La répétition des essais sur plus d'une saison de croissance permet d'apprécier la variabilité des résultats imputable à divers facteurs comme les fluctuations des conditions climatiques et à d'autres facteurs dont les effets seraient perceptibles si les essais étaient réalisés dans des régions plus diversifiées, mais pas s'ils l'étaient dans des régions plus limitées aux fins de l'homologation provinciale. Le nombre total d'essais requis doit être étalé sur au moins deux années (p. ex., si le nombre total d'essais requis est de quatre, deux essais réalisés la première année, et les deux autres, l'année suivante). Il n'est plus nécessaire de prolonger les essais sur plus d'une année si la somme des données disponibles (données représentatives des conditions observées à l'échelle nationale ou couvrant plus d'une année) concernant d'autres formulations agrochimiques renfermant la même matière active ou destinées à des utilisations similaires permet à l'Agence d'apprécier cette variabilité.

Pour les cultures nécessitant normalement la tenue d'une étude sur l'abaissement de la concentration du résidu dans le temps, aux fins de l'homologation nationale (se reporter à la sous-section 9.7), au moins une étude de cette nature est requise aux fins de l'homologation provinciale. Le nombre d'études sur l'abaissement des concentrations des résidus requise aux fins de l'homologation provinciale d'une utilisation donnée ne peut être supérieur au nombre exigé aux fins de l'homologation nationale (voir le diagramme pour obtenir des renseignements plus détaillés sur la question.)



* Pour les cultures nécessitant seulement 2 essais sur le terrain à l'échelle nationale, seulement 2 essais sur le terrain sont requis aux fins de l'homologation provinciale.

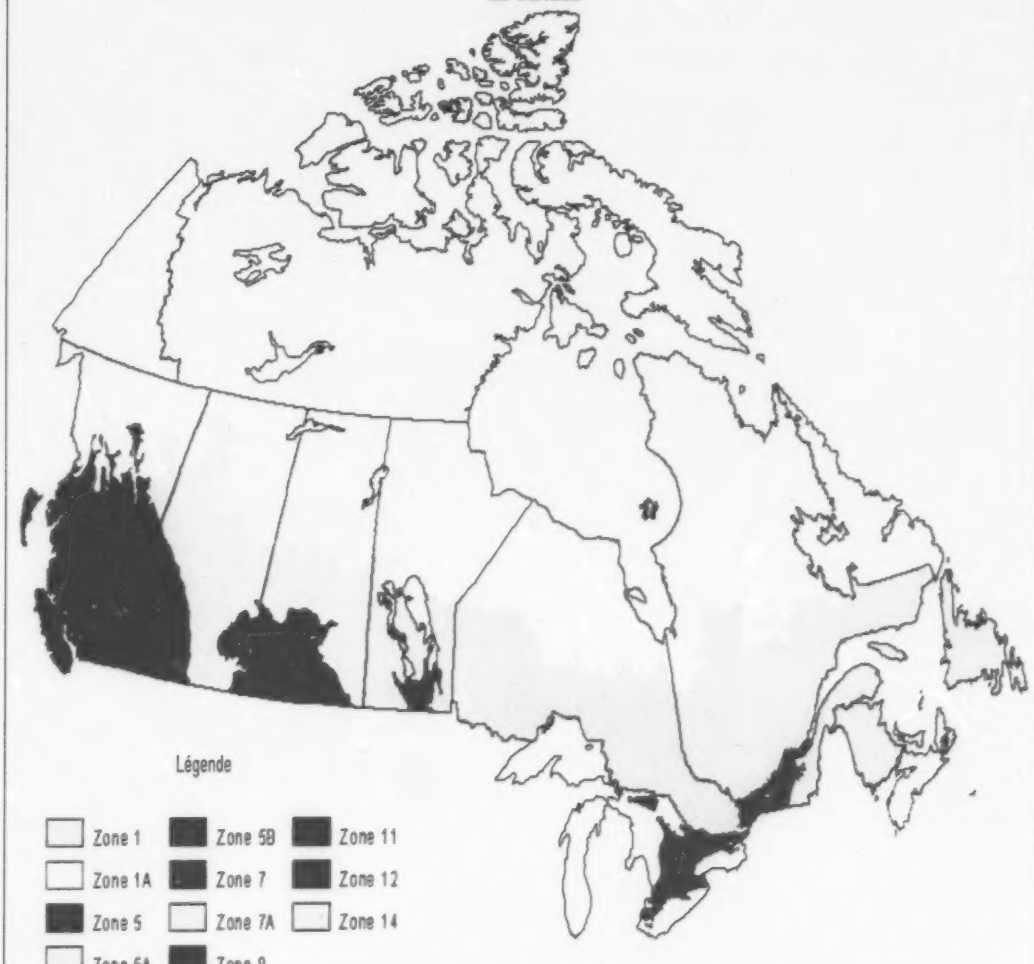
EXEMPLES

Exemple 1 : Une demande d'homologation provinciale est soumise pour un produit agrochimique destiné à être utilisé par les pomiculteurs (pommes) de la Colombie-Britannique (C.-B.). Comme la contribution de cette province à la production nationale de pommes se chiffre à environ 23 % et que le nombre d'essais requis à l'échelle nationale pour cette culture s'élève à 12, le nombre d'essais requis au champ pour cette utilisation aux fins de l'homologation provinciale est de 3 (0,23 X 12 = 2,8 ou 3, après arrondissement). Comme le nombre d'essais requis à l'échelle nationale est supérieur à 8 (12), le demandeur devra étaler les essais sur plus d'une année (2 essais au cours de la première année, 1 essai au cours de la deuxième). Enfin, le demandeur devra également réaliser une étude sur la réduction des concentrations de résidus si l'utilisation visée par la demande nécessite une telle étude.

Exemple 2 : Une demande d'homologation provinciale est soumise pour un produit agrochimique destiné à être utilisé dans les cultures de foin en Ontario. Comme la contribution de cette province à la production nationale de foin se chiffre à environ 18 % et que le nombre d'essais requis à l'échelle nationale pour cette culture s'élève à 12, le nombre d'essais requis au champ pour cette utilisation aux fins de l'homologation provinciale est de 2 (0,18 X 12 = 2,16 ou 2, après arrondissement). Comme le nombre d'essais requis à l'échelle nationale est supérieur à 8 (12), le demandeur devra étaler les essais sur deux ans (1 essai au cours de chacune des 2 années). Comme cette culture nécessite plus de 5 essais aux fins de l'homologation nationale (12), un de ces essais devra être consacré à l'étude de la réduction des concentrations de résidus si l'utilisation visée par la demande exige la tenue d'une telle étude. Durant les autres essais, le demandeur devra prélever quatre échantillons dans quatre parcelles distinctes traitées aux doses 1X (2 parcelles) et 2X (2 parcelles), à raison d'un échantillon par parcelle.

APPENDICE VI

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada



Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

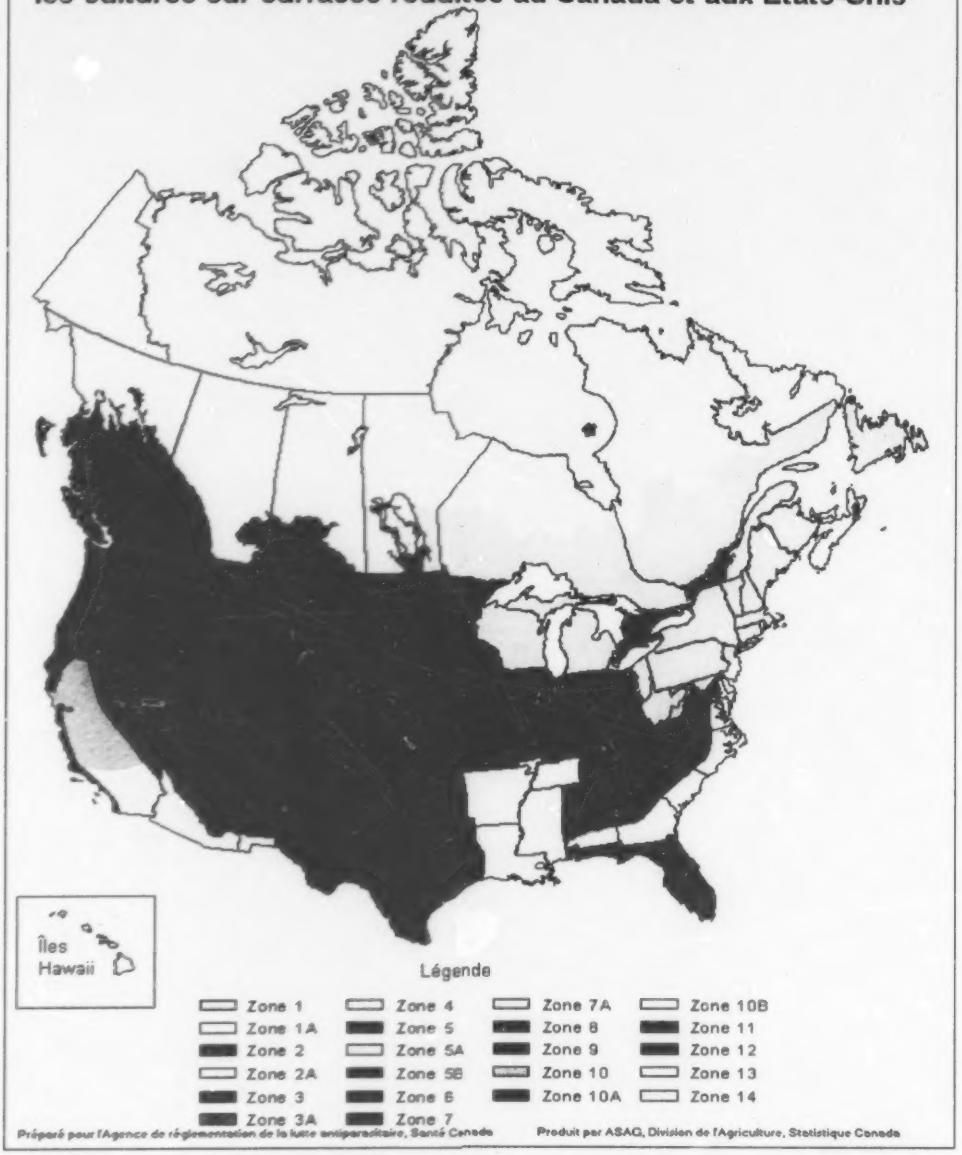
Produit par SAGA, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites sur les terres arables au Canada

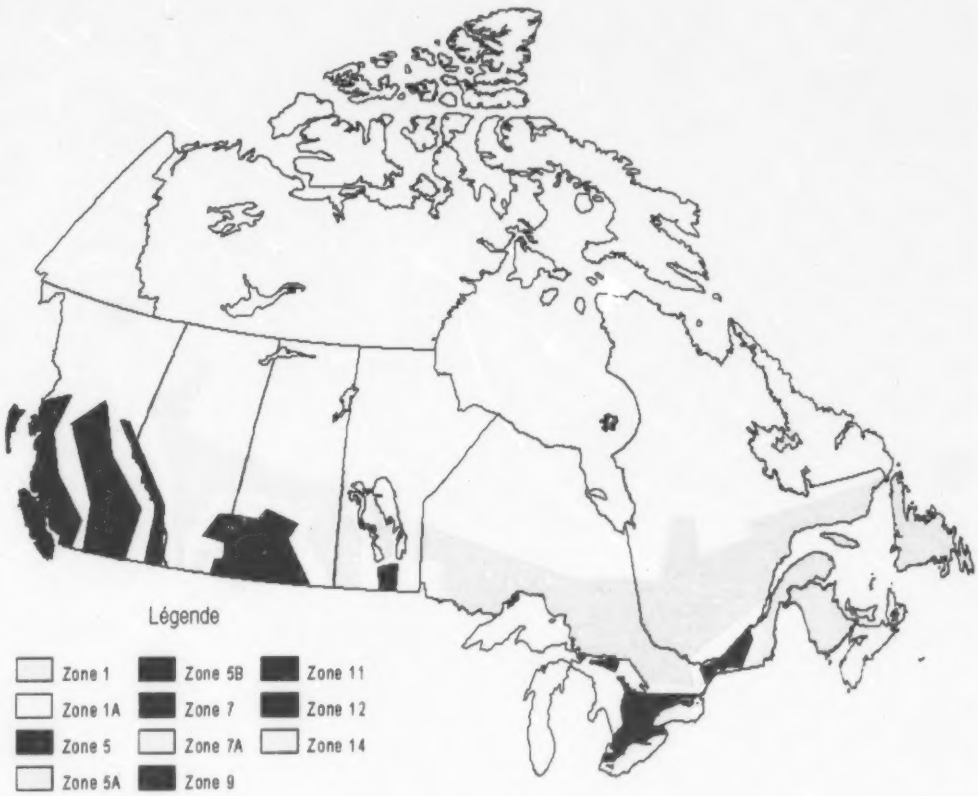
Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par SAGA, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et aux États-Unis



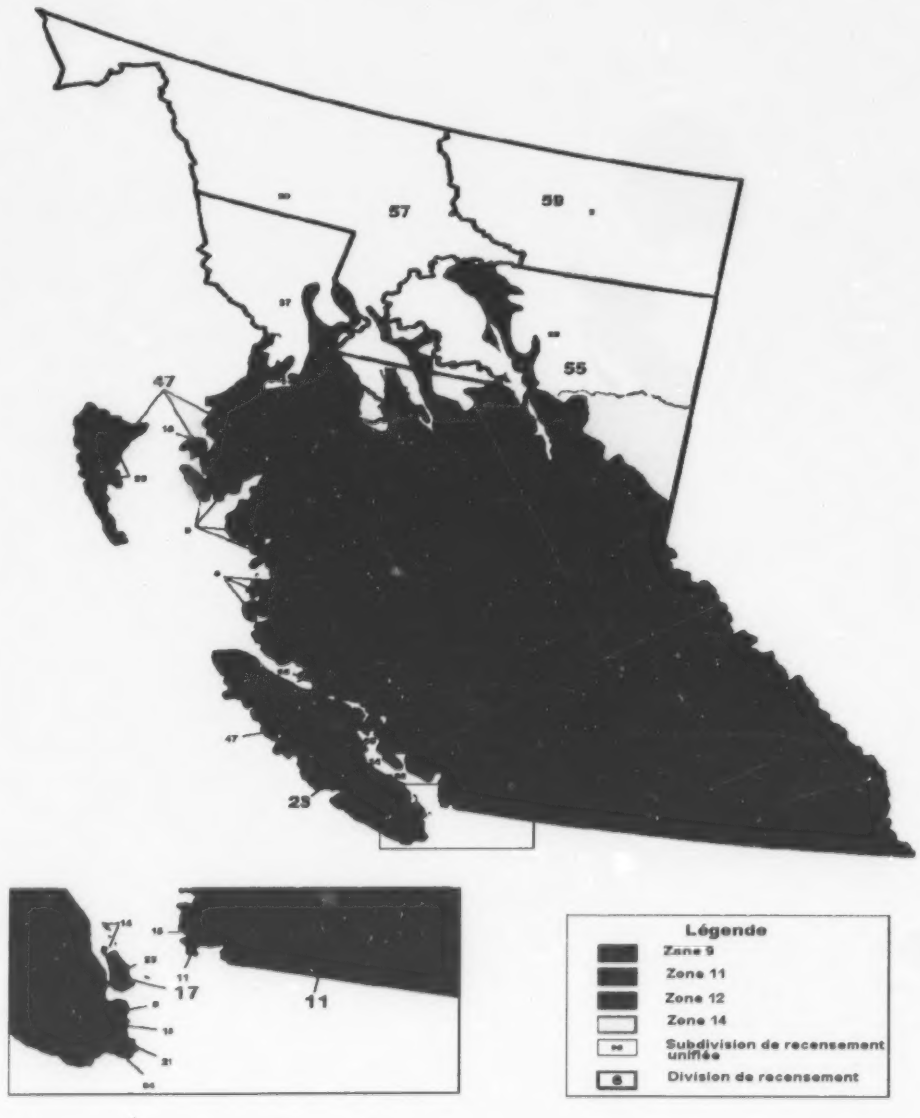
Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada: Zones sécuritaires



Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Préparé par SAIJA, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

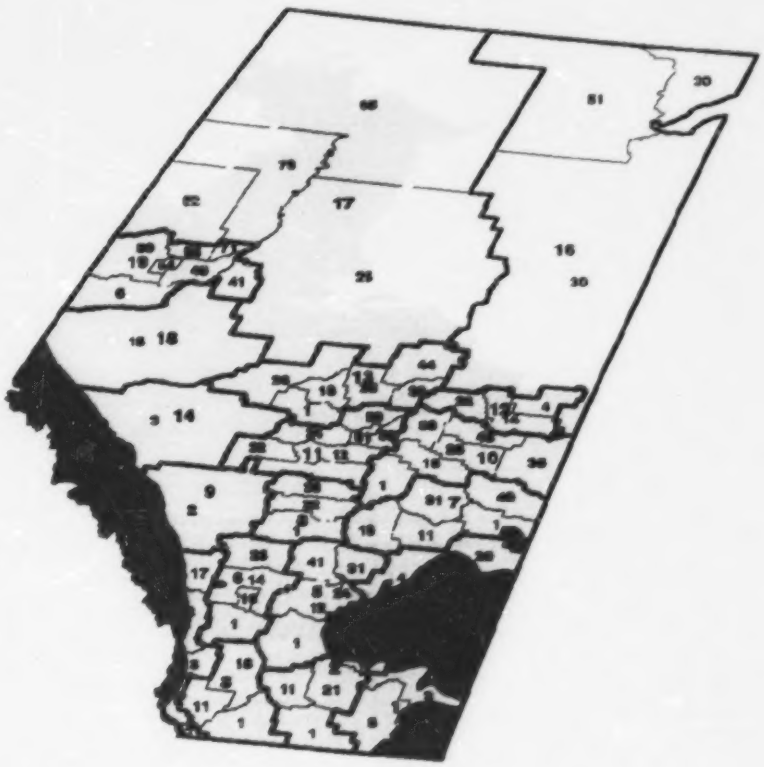
Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites en Colombie-Britannique



Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAO, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites en Alberta



Légende

- Zone 7
- Zone 7A
- Zone 9
- Zone 14
- Subdivision de recensement unifiée
- Division de recensement

Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAQ, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites en Saskatchewan

Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAD, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Manitoba

Légende

- Zone 5
- Zone 5A
- Zone 14
- 38 — Subdivision de recensement unifiée
- 6 — Division de recensement

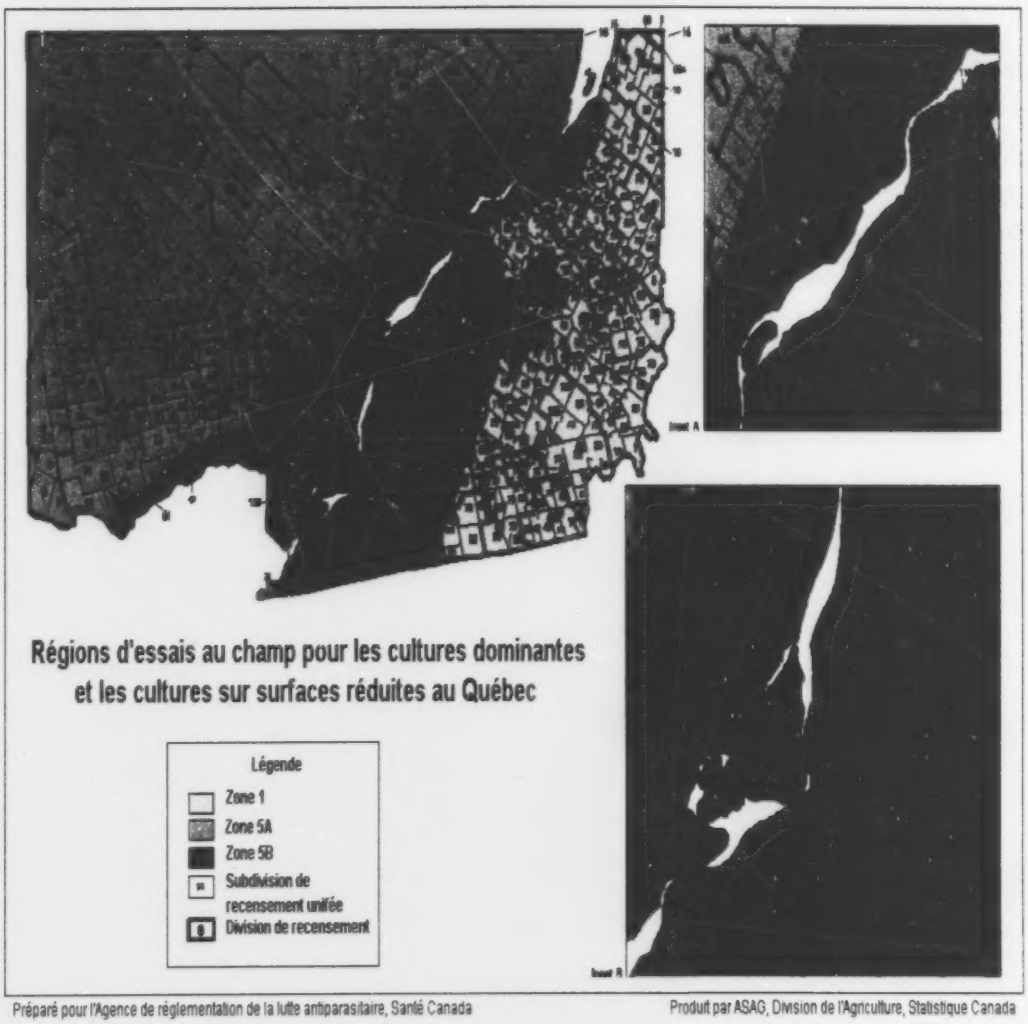
Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAG, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites en Ontario

Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAG, Division de l'Agriculture, Statistique Canada



Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAG, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

APPENDICE VII

(cartes à l'intention des demandeurs)

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et aux États-Unis

Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAC, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et dans le nord des États-Unis

Préparé pour l'agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAG, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada

Zones sécuritaires

Préparé pour l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire, Santé Canada

Produit par ASAC, Division de l'Agriculture, Statistique Canada

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 10

ALIMENTS TRANSFORMÉS DESTINÉS À LA CONSOMMATION HUMAINE OU ANIMALE

10.1 Préface

La présente ligne directrice décrit le exigences en matière de données en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

10.2 Introduction

Il faut des études sur la transformation pour voir si l'on peut s'attendre à ce que les résidus dans les produits bruts se dégradent, diminuent ou se concentrent pendant la transformation. Si la transformation amène une concentration des résidus, il faut qu'une limite maximale de résidus (LMR) soit établie. Par contre, si la transformation n'entraîne pas de concentration des résidus, la LMR du produit agricole brut (PAB) s'applique à tous les produits transformés qui en sont dérivés. S'il y a concentration des résidus pendant la transformation d'un produit en un aliment pour animaux, des données sont nécessaires sur le transfert des résidus à la viande, au lait, à la volaille et aux oeufs, tel qu'il est indiqué à la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*, et des limites maximales de résidus sont recommandées dans des lignes directrices.

10.3 Concentration des résidus pendant la transformation

i) Dès qu'il existe une possibilité que la concentration de résidus dans un aliment transformé destiné à la consommation humaine soit supérieur à la concentration de résidus dans le PAB, des données sur la transformation sont nécessaires. Voici des exemples d'aliments transformés dans lesquels les résidus peuvent se concentrer : le jus de pommes et le marc de pommes; le tourteau ainsi que les huiles brute et raffinée de colza; ou le sucre, la pâte sèche et la mélasse provenant des racines de betterave à sucre. On trouve une liste des sous-produits de la transformation au tableau 1 de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*.

ii) Les études sur la transformation doivent simuler le plus possible les pratiques commerciales. Les échantillons de PAB utilisés dans ces études doivent contenir des résidus quantifiables provenant d'un traitement sur le terrain du PAB. Idéalement, ces résidus doivent être proches de la LMR proposée ou lui être équivalents de telle sorte qu'on puisse déterminer les facteurs de concentration des différents sous-produits. Comme l'indique le sous-alinéa f)3) de la présente section, il arrive que pour obtenir une concentration suffisante de résidus aux fins des études sur la transformation, il faille recourir à des doses en excès lors du traitement sur le terrain. L'utilisation d'échantillons enrichis n'est pas acceptable aux fins des études sur la transformation, à moins qu'il puisse être démontré que le résidu dans le PAB se limite exclusivement à un résidu de surface.

iii) Une seule étude sur la transformation est exigée pour chaque culture énumérée dans le tableau 1 de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs* dont on tire un produit

transformé. Cependant, il est recommandé que l'étude utilise de multiples échantillons du PAB et des produits transformés. Comme il est indiqué au sous-alinéa f)2) de la présente ligne directrice, s'il existe de multiples études sur la transformation d'une culture donnée, l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) peut utiliser le facteur de concentration moyen pour l'ensemble de ces études. Dans certains cas, une exemption d'étude sur la transformation peut être accordée sur la foi des données des essais sur le terrain sur le traitement du PAB avec des doses en excès. Ce point est traité plus en détail en f)3).

iv) Pour chacune des cultures figurant dans le tableau 1 de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*, on doit mesurer le résidu préoccupant (RP) à la fois dans le PAB, au moment où commence la transformation, et dans tous les produits issus de sa transformation. À l'exception des petites céréales, l'Agence exige normalement des données sur chacune des cultures. Dans le cas des petites céréales, l'Agence reconnaîtrait la validité d'une étude sur la transformation du blé pour l'orge, le sarrasin, le millet, l'avoine et le seigle, pourvu que le pesticide ait été appliqué à ces cultures de la même manière et qu'une concentration de résidus comparable se retrouve dans les céréales.

v) À moins que les produits transformés ne soient analysés dans les trente jours de leur production, il faut, suivant la section 8, *Viandes/lait/volaille/oeufs*, que l'on dispose de données démontrant la stabilité, durant l'entreposage, des résidus dans des produits transformés représentatifs.

vi) Si la transformation du PAB peut entraîner l'altération du résidu, une étude sur la transformation par un procédé de radiomarquage peut être nécessaire pour déterminer la nature du résidu dans l'aliment tel qu'il est consommé. Si une altération majeure du résidu se produit et que les composants additionnels du résidu soulèvent des préoccupations d'ordre toxicologique, la LMR doit inclure les composants additionnels du résidu.

10.4 Réduction de la concentration de résidus pendant la transformation

Dans les cas où les résidus décelés dans les produits transformés donnent lieu à une exposition inacceptable, le demandeur a la possibilité de soumettre des données sur les aliments préparés en vue de leur consommation. L'Agence tient compte des données sur les opérations de lavage, de parage, de cuisson, d'épluchage ou de transformation dans la mesure où ces opérations s'appliquent à des produits précis. Bien que l'évaluation des risques puisse reposer sur la concentration de résidus plus faible obtenue par suite de ces opérations, il reste que c'est à partir du PAB à la récolte que doit être établie la LMR. Évidemment, si ces données révèlent que le résidu se concentre dans certaines fractions et diminue dans d'autres, l'évaluation des risques tiendra compte à la fois de la concentration

de résidus plus élevée et de la concentration de résidus plus faible. L'Agence prend également en considération la diversité des techniques utilisées dans la préparation des aliments. Par exemple, si la cuisson détruit complètement le résidu sur un légume, l'Agence considérera que la concentration de résidus dans le légume cuit correspond tout au plus à la limite de détermination fixée par l'étude sur la cuisson. L'Agence se fiera par ailleurs à la LMR pour évaluer l'exposition associée à la consommation du légume cru. Comme il est indiqué plus haut, s'il se produisait une altération importante de la nature du résidu pendant la transformation, une étude par radiomarquage pourrait être nécessaire pour déterminer la nature du résidu après la transformation.

10.5 Facteurs de concentration théoriques maximaux

Le présent alinéa traite des facteurs de concentration théoriques maximaux servant à déterminer les doses en excès nécessaires pour les essais sur le terrain sur des produits qui se prêtent à la transformation. L'utilisation d'études reposant sur l'utilisation de doses en excès est abordée plus en détail au sous-alinéa f)3). Le tableau I de l'annexe A de la présente ligne directrice dresse une liste des facteurs de concentration théoriques maximaux. On peut aussi utiliser cette liste, à défaut de données expérimentales sur la transformation, pour évaluer ce que serait le pire cas d'exposition par l'alimentation.

Le tableau I de l'annexe A n'est pas exhaustif, puisque des facteurs ne sont pas disponibles pour tous les produits transformés énumérés dans le tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*. À noter que certains produits transformés peuvent présenter plus de risques de concentration que les produits transformés pour lesquels des facteurs ont été calculés. En ce qui a trait aux produits pour lesquels l'Agence s'attend à une concentration plus élevée, celle-ci a compilé certains facteurs de concentration expérimentaux, en comparant les résidus résultant des études sur la transformation aux LMR établies pour le PAB. D'autres facteurs peuvent s'ajouter ou les facteurs peuvent éventuellement être mis à jour au fur et à mesure que l'information deviendra disponible.

Il y a deux types de procédés pour lesquels des facteurs de concentration théoriques maximaux sont faciles à calculer. Le premier est celui où la concentration est basée sur la perte d'eau pendant la transformation. Le facteur de concentration théorique correspond dans ce cas au rapport entre la teneur en matière sèche (MS) du produit transformé et la teneur en MS du PAB. Prenons l'exemple des raisins. Frais, ils renferment 18 % de MS alors que les raisins secs en contiennent 85 %. Le facteur de concentration théorique pour la transformation des raisins en raisins secs est donc de 85/18 ou 4,7X. Le second type de procédé est celui où le PAB est séparé en composants; la transformation du grain de maïs en huile de maïs en est un exemple. Dans ce cas, le facteur de concentration théorique correspond à 100 % divisé par le pourcentage du produit transformé qu'on trouve dans le produit brut. Le grain de maïs peut contenir aussi peu que 4 % d'huile de maïs. Le facteur de concentration théorique pour la transformation du maïs en huile est donc de 100/4 ou 25X.

Pour déterminer les facteurs de concentration théoriques, l'Agence a étudié un certain nombre de sources de référence sur le pourcentage de MS (ou d'eau) dans les produits et la composition des produits bruts. Dans sa démarche, l'Agence s'est employée à rechercher le pourcentage qui donnerait le facteur de concentration théorique le plus élevé. Ainsi, pour ce qui est du pourcentage de MS, l'Agence a recherché le pourcentage le plus élevé de MS dans le produit transformé, et le pourcentage le plus faible de MS dans le produit brut. Pour ce qui est de la composition des produits bruts, l'Agence a recherché le pourcentage le plus faible du produit transformé dans le produit brut. Lorsqu'une culture compte de multiples fractions transformées, seule la fraction ayant le facteur de concentration théorique maximal le plus élevé figure dans le tableau 1 de l'annexe A. Dans certains cas, seuls les rendements typiques étaient disponibles pour un PAB donné, notamment pour les céréales. Un facteur a quand même été calculé, mais il se peut qu'il ne corresponde pas véritablement au facteur de concentration théorique maximal. Une bibliographie et trois tableaux indiquant la façon dont les facteurs ont été déterminés sont inclus à l'annexe A. Le tableau 2 montre les calculs liés aux produits pour lesquels la concentration est basée sur la perte d'eau. Le tableau 3 montre les calculs liés aux produits pour lesquels la concentration est basée sur la séparation en des composants. Le tableau 4 présente une compilation des facteurs obtenus expérimentalement à partir d'une comparaison des résidus établis au terme des études sur la transformation, et des LMR établies pour le PAB.

10.6 Pertinence de limites maximales de résidus pour les aliments destinés à la consommation humaine ou animale

10.6.1 Valeur du résidu dans le PAB

L'Agence envisagera d'utiliser une moyenne des valeurs du résidu provenant des essais sur le terrain, s'il peut être établi qu'il y a eu un mélange suffisant durant la transformation, de sorte que d'éventuelles variations entre les échantillons provenant d'un même champ se trouvent considérablement réduites. La moyenne la plus pertinente des valeurs de résidus provenant des essais sur le terrain est la moyenne la plus élevée d'une série d'essais sur le terrain individuels. Cette moyenne est parfois désignée la moyenne la plus élevée des essais sur le terrain (MPEET). D'autres valeurs moyennes (comme la moyenne de tous les essais sur le terrain) peuvent être considérées si les circonstances propres à la transformation de la culture le justifient, par exemple, dans le cas où sont transformés des produits provenant de différents points d'une région ou d'un pays.

Compte tenu de la politique de l'Agence mentionnée plus haut, il est nécessaire de déterminer la MPEET pour chacun des PAB au sujet desquels une étude sur la transformation a révélé une concentration de résidus. Pour chaque essai sur le terrain reflétant l'utilisation maximale d'un résidu (maximum d'applications, dose maximale, délai d'attente minimal), et considéré acceptable aux fins de la détermination d'une LMR (en excluant les valeurs rejetées pour des raisons comme la contamination), on établit la moyenne des valeurs de résidus provenant de tous les échantillons prélevés à ce site qui

reflètent cette utilisation. (NOTA : Si pour déterminer la LMR, on a corrigé la concentration de résidus en raison d'une faible récupération liée à la méthode ou de pertes durant l'entreposage, les valeurs corrigées doivent aussi être utilisées dans cet exercice.) Cette valeur moyenne la plus élevée constitue la MPEET et doit être utilisée pour calculer la concentration maximale de résidus maximale probable dans les produits transformés. Pour ce qui est des essais sur le terrain dans lesquels seulement un échantillon par site reflète l'utilisation maximale d'un résidu, aucune moyenne ne peut être établie et la concentration de résidus la plus élevée devient la MPEET.

10.6.2 Multiples études sur la transformation

Lorsque plus d'une étude sur la transformation a été menée relativement à l'usage d'un pesticide en particulier (en excluant les substances toxiques à effets aigus) sur un PAB donné, on doit utiliser le facteur de concentration moyen pour chaque produit transformé, lorsqu'on détermine une LMR. De la même façon, si de multiples échantillons ou sous-échantillons sont analysés dans le cadre d'une étude sur la transformation, on doit utiliser la valeur moyenne de résidus pour chaque produit, et non la valeur la plus faible provenant des échantillons de PAB et la valeur la plus élevée provenant des échantillons de produits transformés, lesquelles donneraient les facteurs de concentration les plus élevés. Si une seule étude sur la transformation a été faite et que le facteur de concentration théorique est dépassé, la LMR (si elle s'applique) doit être fondée sur le facteur (s'il est disponible) figurant à l'annexe A de la présente ligne directrice.

Comme il est indiqué en c)2), les études sur la transformation doivent refléter les pratiques commerciales réelles. Si plusieurs études sont disponibles et que l'une d'elles ne comprend pas une étape (le lavage, par exemple) qui fait normalement partie du procédé de transformation du PAB, il peut être indiqué de ne pas tenir compte de cette étude aux fins du calcul du facteur de concentration moyen.

10.6.3 Utilisation d'études fondées sur des doses en excès

L'Agence encourage l'utilisation d'essais sur le terrain fondés sur des doses en excès lorsqu'on s'attend à ce que l'application de la dose maximale homologuée (1X) donne des concentrations de résidus dans le PAB proches de la limite de détermination de la méthode d'analyse ou inférieures à cette limite. Les études sur la transformation doivent utiliser des échantillons de PAB qui renferment des concentrations de résidus mesurables.

Lorsque l'application de la dose maximale homologuée donne des concentrations de résidus mesurables dans le PAB, il n'est pas nécessaire de recourir à des doses en excès pour produire des échantillons destinés aux études sur la transformation, pourvu que tous les essais sur le terrain donnent des concentrations de résidus bien au delà de la limite de détermination. Cependant, si des concentrations de résidus inférieures à la limite de détermination ou proches de celle-ci sont observées dans certains essais sur le terrain, il est conseillé d'utiliser une dose en excès du pesticide pour obtenir les échantillons de

PAB aux fins de l'étude sur la transformation. Qu'on utilise une dose en excès ou non, si une LMR proposée repose sur la présence de concentrations de résidus mesurables et que la transformation donne lieu à la concentration des résidus, le facteur de concentration sera utilisé conjointement avec la MPEET ou d'autres valeurs moyennes applicables et d'autres facteurs pertinents (comme la variabilité de la méthode d'analyse) pour déterminer la pertinence d'établir une LMR. En d'autres mots, le facteur de concentration ne sera pas corrigé en fonction de l'utilisation de doses en excès dans les cas où des résidus quantifiables sont observés dans le PAB à la suite de l'emploi de la dose homologuée.

Dans les cas où tous les échantillons de PAB provenant des essais sur le terrain affichent des concentrations de résidus inférieures aux limites de détermination et que les données sur les résidus couvrent toutes les régions de croissance importantes de la culture telles qu'elles sont délimitées dans la section 9, *Essais dans les cultures sur le terrain*, il peut arriver qu'une exemption soit accordée relativement à l'étude sur la transformation sur la foi des résultats des essais sur le terrain faisant suite à l'utilisation de doses en excès. Si des données reposant sur l'utilisation de doses en excès sont disponibles et que ces essais sur le terrain n'ont entraîné aucun résidu mesurable dans le PAB, aucune étude sur la transformation n'est nécessaire, pourvu que la dose en excès soit au moins égale au facteur de concentration théorique le plus élevé (voir annexe A) de tous les produits issus de la transformation de la culture en question ou de 5X, selon le moins élevé des deux.

Si aucun résidu mesurable n'est découvert dans le PAB à la suite de l'utilisation de la dose maximale homologuée, mais que la dose en excès produit des résidus mesurables, on fait subir la transformation aux échantillons ayant reçu la dose en excès afin de mesurer les résidus dans les produits pertinents. Toute concentration de résidus dans les produits transformés qui se situe alors encore au-dessus de la limite de détermination doit être corrigée en fonction de la dose en excès. On compare ensuite ces concentrations de résidus corrigées aux limites de détermination pour le PAB.

Il faut aussi envisager un autre cas où des doses en excès sont utilisées. Il arrive parfois qu'on ne découvre aucun résidu mesurable dans le PAB, mais que la dose en excès soit inférieure au facteur de concentration théorique maximal (ou 5x, selon le facteur le moins élevé) en raison de contraintes attribuables à la phytotoxicité. Devant pareille éventualité, une décision est prise au cas par cas quant à la nécessité de faire une étude sur la transformation. Si une telle étude est jugée nécessaire, toute concentration de résidus mesurable dans les fractions transformées serait corrigée en fonction de la dose en excès tel qu'il est expliqué dans le paragraphe précédent. Certains des facteurs à considérer lorsqu'on détermine si l'étude sur la transformation est nécessaire comprennent le rapport entre la dose en excès et le facteur théorique (ou 5X, selon le facteur le moins élevé) et la présence ou l'absence de concentrations de résidus détectables, c.-à-d. supérieures au seuil de détection, mais inférieures à la limite de détermination, dans les échantillons de PAB. On pourrait aussi tenir compte de la probabilité d'une éventuelle présence du pesticide sur

une partie précise du PAB en fonction du moment où il est appliqué ou de sa capacité de diffusion. Par exemple, un pesticide appliqué tard dans la saison a plus de chances de se retrouver à la surface du fruit et de se concentrer dans le marc que le pesticide qui est appliqué au stade de la floraison ou avant ce stade.

10.7 Présentation des données

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

Voici comment présenter les données du rapport et suivant quel ordre :

10.7.1 Page titre/page de couverture

La page titre et les exigences documentaires additionnelles (c.-à-d. exigences relatives à la présentation des données et revendications de non divulgation de données confidentielles, le cas échéant) doivent précéder le contenu de l'étude présentée comme suit :

10.7.2 Table des matières

10.7.3 Sommaire/introduction

10.7.4 Matériel

i) Substance d'essai

A) Identification de la formulation de pesticide utilisée dans l'essai sur le terrain sur le PAB visé par l'étude sur la transformation, identification également de la matière active que cette préparation renferme ou, si des échantillons de PAB enrichis ont été utilisés dans l'étude sur la transformation, identification de la substance avec laquelle le PAB a été enrichi.

B) Identification et concentration du ou des résidus dans les échantillons de PAB traités expérimentalement au moment d'entamer l'étude sur la transformation.

C) Autres renseignements, soit tout renseignement additionnel que le demandeur juge approprié et pertinent pour présenter une description détaillée, et identifier les substances analysées dans l'étude sur la transformation.

ii) Produit d'essai

A) Identification du PAB (culture/type/cultivar) et les parties précises de la plante utilisées dans l'étude sur la transformation.

B) Identification de l'échantillon (provenance; numéro d'identification de l'essai sur le terrain; échantillon de résidu témoin ou altéré; données sur l'encodage et l'étiquetage [doivent correspondre ou faire renvoi à l'étiquette ou au code attribué lors de la récolte]).

C) Détail des traitements (pesticides utilisés, doses, nombre d'applications, délais d'attente, etc.) subis par les échantillons de PAB utilisés dans l'étude sur la transformation.

D) Stades de croissance, état général (mature/immature vert/mûr, frais/sec, etc.) et taille des échantillons de PAB utilisés dans l'étude sur la transformation.

E) Autres renseignements, soit tout renseignement additionnel que le demandeur juge approprié et pertinent pour décrire en détail et complètement les PAB utilisés dans l'étude sur la transformation.

10.7.5 Méthodes

i) Schéma expérimental. Par exemple,

A) nombre d'échantillons d'essai et d'échantillons témoins,

B) nombre d'échantillons répétés,

C) concentrations de résidus dans les PAB à utiliser,

D) caractère représentatif des produits analysés par rapport aux matrices en jeu, etc.

ii) Méthode d'analyse

A) Méthode d'enrichissement des échantillons, le cas échéant (détails sur la manière dont les substances analysées ont été incorporées aux PAB).

B) Description du procédé de transformation utilisé et évaluation de sa similitude aux pratiques commerciales. Quantité du PAB au départ et quantité des produits issus de sa transformation.

C) Description des méthodes d'analyse des résidus (voir la section 3, *Méthode d'analyse des résidus*).

D) Description des moyens utilisés pour valider les méthodes d'analyse des résidus (voir la section 3, *Méthode d'analyse des résidus*).

E) Description de toute étude éventuelle sur la validation de la stabilité durant l'entreposage (voir la section 5, *Données de stabilité durant l'entreposage*).

10.7.6 Résultats ou discussion

i) Résultats sur les résidus

A) Données brutes; facteurs de correction appliqués, s'il y a lieu.

B) Taux de récupération.

C) Degrés de stabilité durant l'entreposage, le cas échéant.

D) Comparaison directe des résidus dans le PAB aux résidus dans chaque produit transformé ou dans chaque fraction transformée provenant de l'échantillon, etc.

ii) Traitements statistiques. Description des tests appliqués aux données brutes.

iii) Contrôle de la qualité (si cet aspect n'est pas abordé ailleurs; mesures de contrôle ou précautions prises pour assurer la fidélité de l'étude sur la transformation).

iv) Autres renseignements, soit tout renseignement additionnel que le demandeur juge approprié et pertinent pour décrire en détail l'étude ou les études sur la transformation.

10.7.7 Conclusions.

Discussion des conclusions qu'on peut tirer relativement à la concentration ou à la réduction des substances analysées dans les matrices en jeu, en fonction des procédés de transformation commerciaux standard, et détermination de la nécessité d'établir des LMR.

10.7.8 Certification.

Certification d'authenticité par le directeur de l'étude (y compris signature, nom en caractères d'imprimerie, titre, affiliation, adresse, numéro de téléphone, date).

10.7.9 Tableaux/figures

i) Tableau(x) des données brutes relatives à l'étude sur la transformation; données de récupération liées à la méthode; données de récupération liées à la stabilité durant l'entreposage (le cas échéant); etc.;

ii) Graphiques, figures, ordinogrammes, etc.(selon la pertinence; inclure le procédé de transformation ainsi que les poids du PAB et des fractions transformées).

10.7.10 Références

10.7.11 Annexe(s)

i) Exemplaires représentatifs de chromatogrammes, de spectres, etc. (le cas échéant).

ii) Tirés à part de méthodes et d'autres études (à moins qu'on ne les trouve ailleurs dans le dossier, auquel cas des renvois suffisent) qui appuient les conclusions du demandeur.

iii) Autre (tout élément pertinent qui n'entre pas dans les autres sections du rapport).

10.8 Références

1. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

ANNEXE A

TABLEAUX DES FACTEURS DE CONCENTRATION THÉORIQUES MAXIMAUX

Tableau 1	
Facteurs de concentration théoriques maximaux par culture	
Culture	**Facteur de concentration maximal**
Pomme	>14x*
Orge	8x
Betteraves à sucre	>20x*
Agrumes	1000x
Noix de coco	3x
Café	4.4x
Maïs	25x
Graine de coton	6x
Figues	4x
Raisins	>30x*
Menthe	330x
Avoine	>22x*
Arachides	3x
Ananas	4x
Pomme de terre	5x
Prunes (pruneaux)	4x
Colza	3x
Riz	8x
Seigle	10x
Carthame	9x
Soja	12x
Canne à sucre	20x*
Tournesol	5x
Tomate	>80x*
Blé	9x
* Facteur expérimental	

Tableau 2 Facteurs de concentration théoriques en fonction de la perte d'eau			
	% de MS	**Facteur**	**Référence**
Figues	22		PAM I Sec. 202.12
figues déshydratées	76	3,5	PAM I Sec. 202.12
Raisins	18		Harris Guide
raisins secs	85	4,7	Harris Guide
Pommes de terre	20		U.S.D.A.
déshydratée (flocons, granules)	93	4,7	U.S.D.A.
Prunes	21		PAM I Sec. 202.12
pruneaux	72	3,4	PAM I Sec. 202.12
Tomate	6		*Commercial Vegetable Processing*, second ed., p. 311
purée	8,5	1,4	*Commercial Vegetable Processing*, second ed., p. 272
pâte	33	5,5	*Commercial Vegetable Processing*, second Ed., p. 277

Tableau 3 Facteurs de concentration théoriques en fonction de la séparation en composants			
	% min. du produit entier	Facteur	Référence
Grain d'orge			
enveloppes	13	7,7	*Principles of Field Crop Production*, p. 426
Orge perlé	82	1,2	*Principles of Field Crop Production*, p. 426
Betterave à sucre			
sucre	8	12,5	*Advances in Sugar Beet Production: Principles and Practices*
mélasse			
pulpe déshydratée			
Agrumes			
écorce	30	3,3	*Foods and Food Production Encyclopedia*, Considine, p. 1391
mélasse			
huile	0,1	1 000	PAM I Sec 202.12
pulpe déshydratée			
jus	50	2	*Foods and Food Production Encyclopedia*, Considine, p. 1387
Noix de coco			
farine			
huile	35	2,9	PAM I Sec 202.15
coprah (farine déshydratée)		2,1	DRES (du U.S.D.A. Handbook No. 102)
Café			
grain torréfié		1,2	18% de perte de poids pendant la torréfaction, Considine, p. 459
soluble		4,4	PP#0E3875-basé sur les poids établis dans l'étude sur la transformation
Maïs-grain			
huile	4	25,0	*Corn, Culture, Processing, Products*, p. 243

Tableau 3 Facteurs de concentration théoriques en fonction de la séparation en composants			
	% min. du produit entier	**Facteur**	**Référence**
Graine de coton			
enveloppes	26	3,8	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 187
farine	45	2,2	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 187
huile	16	6,3	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 187
Raisins			
jus	82	1,2	Harris Guide
Avoine			
enveloppes	25	4,0	*Oats: Chemistry and Technology*, p. 372
farine			
flocons d'avoine	70	1,4	*Cereal Crops*, p. 577-8
Arachide			
farine	46	2,2	*Peanuts, Production, Processing, Products*, p. 139 par la différence, voir p. 293
huile	36	2,8	PAM I Sec 202.25
Menthe			
huile	0,3	333	15 mL d'huile provenant de 10 lb de foin
tourteau			
Ananas			PP#6F0482
résidu de transformation	26	3,8	
jus			
Pomme de terre			
déchets de transformation	25	4,0	NorthWest Food Processors Assoc.
Colza			

Tableau 3 Facteurs de concentration théoriques en fonction de la séparation en composants			
	% min. du produit entier	Facteur	Référence
tourteau	52	1,9	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 259, par la différence
huile	33	3,0	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 259
Grain de riz (riz paddy)			
enveloppes	20	5,0	*Cereal Crops*, pp. 649, 652
son	13	7,7	*Cereal Crops*, pp. 649, 652
Grain de seigle			
son	10	10,0	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, pp. 244-5
farine			
Carthame			
enveloppes	38	2,6	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 114
tourteau	11	9,1	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 114
huile (carthame)	30	3,3	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 114
Soja			
enveloppes	9	11,3	MRID No. 424482-03, Appendix B, p. 67
tourteau	46	2,2	CBRS No. 10541, D. Miller, 1/29/93
huile	8	12,0	CBRS No. 10541, D. Miller, 1/29/93
Canne à sucre			
mélasse			
sucre	8,5	11,8	*Principles of Field Crop Production*, p. 426
Tournesol			
enveloppes	22	4,5	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 146

Tableau 3 Facteurs de concentration théoriques en fonction de la séparation en composants			
	% min. du produit entier	**Facteur**	**Référence**
tourteau	22	4,5	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 146 par la différence
huile	40	2,5	*CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture*, p. 146
Tomate			
jus	70	1,4	*Commercial Vegetable Processing*, second ed., p. 303
Grain de blé			
son	13	7,7	Considine, p. 2125
farine	72	1,4	*Cereal Crops*, pp. 295-6
remoulages	12	8,3	*Cereal Crops*, pp. 295-6

Tableau 4	
Facteurs de concentration maximaux observés (expérimentalement)	
Les facteurs qui suivent sont fondés sur une comparaison des concentrations de résidus déterminées par les études sur la transformation et des LMR établies pour les PAB.	
marc de pommes	14x
marc de raisin déshydraté	20x
résidus de raisin	30x
fractions d'avoine moulue	22x
pulpe de betterave à sucre déshydratée	20x
mélasse de canne à sucre	20x
pulpe de tomate déshydratée	80x

Bibliographie

1. *Pesticide Analytical Manual, Volume I,* (PAM I), 1994, Food and Drug Administration.

2. *Agriculture Handbook No. 8, Composition of Foods: Raw, Processed, Prepared*, U. S. Department of Agriculture (U.S.D.A.), Agricultural Research Service, B. K. Watt, and A.L. Merrill, December, 1963.

3. *CRC Handbook of Processing and Utilization in Agriculture, Volume II, Part 2 Plant Products, I.* A. Wolff, ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 1983.

4. *Foods and Food Production Encyclopedia*, D. M. Considine, and G. D. Considine, eds., Van Nostrand Reinhold, New York, 1982.

5. *Commercial Vegetable Processing*, second edition, B. S. Luk, and J. G. Woodroof, eds., Avi/Van Nostrand Reinhold, New York, 1988.

6. *Peanuts: Production, Processing, Products*, second edition, J. G. Woodroof, Avi Publishing, Westport, CT, 1973.

7. *Corn: Culture, Processing, Products*, G. E. Inglett, ed., Avi Publishing, Westport, CT, 1970.

8. *Oats: Chemistry and Technology*, ed. F. H. Webster, American Association of Cereal Chemists, Inc., St. Paul, MN, 1986.

9. *Advances in Sugar Beet Production: Principles and Practices*, R. T. Johnson, et. al., eds., Iowa State University Press, Ames, IA, 1971.

10. Harris Guide.

11. *Feeds & Nutrition--Complete*, first edition, Ensminger, M.E., and C. G. Olentine, Jr., Ensminger Publishing Co., Clovis, CA, 1978.

12. *Cereal Crops*, Leonard, W. H., and J. H. Martin, Macmillan Co., New York, 1963.

13. *Principles of Field Crop Production*, third edition, Martin, J. H., W. H. Leonard, and D. L. Stamp, Macmillan, New York, 1976.

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 11

LIMITE MAXIMALE DE RÉSIDUS

11.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues* (LAD), de la *Loi sur les produits antiparasitaires* (LPA) et de leur règlement d'application respectif.

11.2 Introduction

11.2.1 Détermination de la limite maximale de résidus (LMR)

Pour obtenir une LMR, le demandeur propose une concentration de résidus fondée sur les résultats des essais sur le terrain; cette concentration est la concentration maximale qui peut se présenter dans le « pire cas » (dose maximale par saison et délai d'attente minimal de prérécolte) par suite de l'utilisation proposée du pesticide. Ces ensembles de données peuvent renfermer des points jugés aberrants. L'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) traitera ces points individuellement, et la LMR établie pourrait être plus basse que celle proposée par le demandeur. La matière active du pesticide et les principaux métabolites forment ce qu'on appelle le résidu préoccupant (RP). La LMR doit comprendre les métabolites qui ont un effet toxicologique significatif et elle doit être suffisamment élevée pour tenir compte de tous les constituants du RP.

11.2.2 Principaux métabolites préoccupants et expression de la LMR

En se basant sur les résultats des études métaboliques chez les végétaux et les animaux, L'ARLA détermine quels métabolites sont préoccupants et doivent faire partie de l'expression de la LMR. Dans chaque cas, la décision est fondée sur :

i) la toxicité du métabolite,

ii) la concentration du résidu.

Les métabolites qui ont une importance toxicologique et dont la concentration est significative doivent être mesurés par une méthode d'analyse appropriée. Dans certains cas, la LMR peut être fondée uniquement sur une partie du RP, afin de faciliter le respect de la réglementation ou à des fins d'harmonisation avec les LMR internationales. Il peut s'agir d'un composé indicateur ou marqueur qui normalement serait le pesticide initial. Toutefois, il faut présenter des données sur tous les RP à des fins d'évaluation du risque lié à l'alimentation.

11.3 LMR proposées

Les LMR doivent être proposées d'une façon qui représente le mieux le RP sur le produit agricole brut, que ce RP soit constitué du pesticide initial ou de formes dérivées, ou des deux. La LMR proposée ne doit pas être fondée sur une valeur correspondant à un « résidu moyen » et elle doit être suffisamment élevée pour inclure toutes les valeurs de

résidus que l'on peut raisonnablement s'attendre à trouver à partir des données disponibles.

La LMR ne doit pas être plus élevée que nécessaire pour l'utilisation proposée, mais des compromis peuvent être nécessaires dans une certaine mesure dans le but d'éviter une multitude de LMR pour un seul pesticide sur différentes cultures. Lorsque la méthode d'analyse est basée sur la mesure d'un groupement fonctionnel commun, elle mesurera habituellement, outre le composé initial, un ou plusieurs produits dérivés. Dans de tels cas, il pourrait être avisé de proposer une LMR combinée pour tous les composés, calculée par rapport au composé initial, lorsque les considérations toxicologiques le permettent.

Le demandeur doit se demander si la LMR proposée peut être compatible avec les LMR établies par la Commission du Codex Almentarius (un organisme créé sous les auspices des Nations Unies dont le but est de faciliter le commerce international) ou les LMR établies par les É.-U. ou le Mexique. La comparaison doit porter sur la compatibilité des valeurs numériques proposées, la définition de RP (le composé initial plus les métabolites) et la définition du produit.

On peut également demander une exemption de fournir une LMR le cas échéant (voir l'alinéa d) de la présente ligne directrice). Lorsqu'on demande une exemption, il faut fournir des données montrant la concentration de résidus prévue. La demande d'exemption doit être justifiée sur le plan scientifique.

Dans le cas de l'utilisation de pesticides dans les établissements de manutention d'aliments, on n'a pas encore déterminé si la réglementation doit prévoir une LMR sur les aliments. Toutefois, il est préférable d'indiquer les concentrations de résidu prévues. De toute façon, la réglementation proposée doit préciser les conditions d'utilisation du pesticide. On décidera de la nécessité d'une LMR en fonction de la toxicité du résidu et du niveau de contamination possible.

11.4 Exemptions de fournir une LMR

11.4.1 Matières actives

On peut demander une exemption de fournir une LMR dans le cas de pesticides pour lesquels aucune mesure d'application n'est prévue (c.-à-d. les pesticides visés par le paragraphe B.15.002(2) de la LAD et de son *Règlement*. Étant donné qu'une exemption de fournir une LMR signifie qu'aucune limite n'est fixée pour la concentration de résidu qui peut se présenter, les exemptions sont limitées à des pesticides relativement non toxiques. Le dioxyde de silicium et le soufre, par exemple, sont des matières actives pour lesquelles une exemption peut être demandée. Une demande d'exemption de fournir une LMR pour une matière active doit faire l'objet d'une demande expresse. On peut être exempté de fournir des données de résidus (c.-à-d. données métaboliques, données chimiques) dans le cas des matières actives qui n'ont pas d'effet toxicologique. Il est rare

qu'une méthode d'analyse soit exigée à des fins de respect de la réglementation. Les exemptions de fournir une LMR doivent quand même faire l'objet d'une procédure d'avis et de promulgation aux termes du paragraphe B.15.002(2) de la LAD.

11.4.2 Adjuvants

Les adjuvants que renferment les formulations de pesticides ont été jugés des produits agricoles chimiques aux termes de la LAD et de son *Règlement*. Un grand nombre de ces adjuvants ne sont pas visés par les exigences de fournir une LMR (B.15.002(2)b)). Les demandes d'exemption à l'égard d'autres adjuvants doivent être présentées par écrit. Il y a normalement moins de données à fournir dans le cas de matières inertes que dans le cas de matières actives. Toutefois, on pourra exiger d'indiquer une méthode d'analyse et la concentration de résidu susceptible de se présenter. On pourra imposer des restrictions à l'utilisation dans la réglementation sur l'exemption. Il faut consulter les autres articles de la LAD et de son *Règlement* qui traitent d'adjuvants. La quantité de données à fournir sur les résidus chimiques dans le cas d'une exemption à l'égard d'un adjuvant variera en fonction de la nature du produit. L'information minimale requise est une description du composé chimique et de ses utilisations possibles. Lorsque l'adjuvant ne peut pas être considéré comme sans effet toxicologique, il faut fournir d'autres données. Dans certains cas, il faudra fournir toutes les données requises pour la LMR d'une matière active, alors que dans d'autres, seule une méthode d'analyse et des données de résidus pour des cultures représentatives seront exigées. La quantité de données requises variera en fonction de la toxicité du composé et des restrictions imposés concernant son utilisation. Le demandeur doit consulter également la directive d'homologation de l'ARLA Dir93-15 *Critères d'homologation des adjuvants* pour obtenir plus de détails sur les données exigées pour les adjuvants.

11.5 LMR pour des utilisations provenant de l'étranger

Toutefois, les LMR proposées pour des résidus présents dans des aliments importés doivent être présentées en vertu de la LAD. Les LMR proposées conjointement avec les demandes d'homologation au Canada sont présentées en vertu de la LPA et de son *Règlement*. Les demandes concernant des LMR présentées au sujet de produits importés doivent renfermer les mêmes types d'information, notamment un exemple d'étiquette, et les données sont celles présentées en vertu de la LPA et de son *Règlement*.

11.6 Références

1. The U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

2. Directive d'homologation de l'ARLA, Dir93-15 *Critères d'homologation des adjuvants*, 28 octobre 1993.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 12

MOTIFS RAISONNABLES D'UNE DEMANDE

12.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

12.2 Motifs raisonnables d'une demande

Le demandeur doit expliquer comment les données de résidus appuient la limite maximale de résidus (LMR) proposée. La demande doit comprendre une brève discussion sur l'utilité de la méthode d'analyse en ce qui concerne la sensibilité et la mesure du résidu préoccupant; une explication à propos de toutes valeurs aberrantes présentées; une explication concernant une demande d'exemption à l'égard de données scientifiques à fournir en vertu des présentes lignes directrices et toutes autres considérations concernant les résidus pertinentes à l'utilisation proposée. Au besoin, on devra fournir une discussion sur le statut d'autres constituants des formulations.

Dans les cas où le risque lié à l'alimentation de l'utilisation d'un pesticide est susceptible d'être inacceptable, compte tenu de la LMR sur la culture entière, le demandeur doit fournir de l'information ou des données qui pourront servir à évaluer une exposition plus réaliste par l'alimentation. Dans le cas de préoccupations relativement à un risque chronique, il serait utile de déterminer des concentrations médianes de résidu obtenues dans des essais sur le terrain. En outre, on peut soumettre à la Division de la coordination des produits et de la pérennité de l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire des données sur les parts de marché actuelles ou prévues concernant les utilisations actuelles ou proposées.

12.3 Références

1. The U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 13

ACCUMULATION DANS LES CULTURES EN ROTATION EN MILIEU CLOS

13.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues*, de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

13.2 Introduction

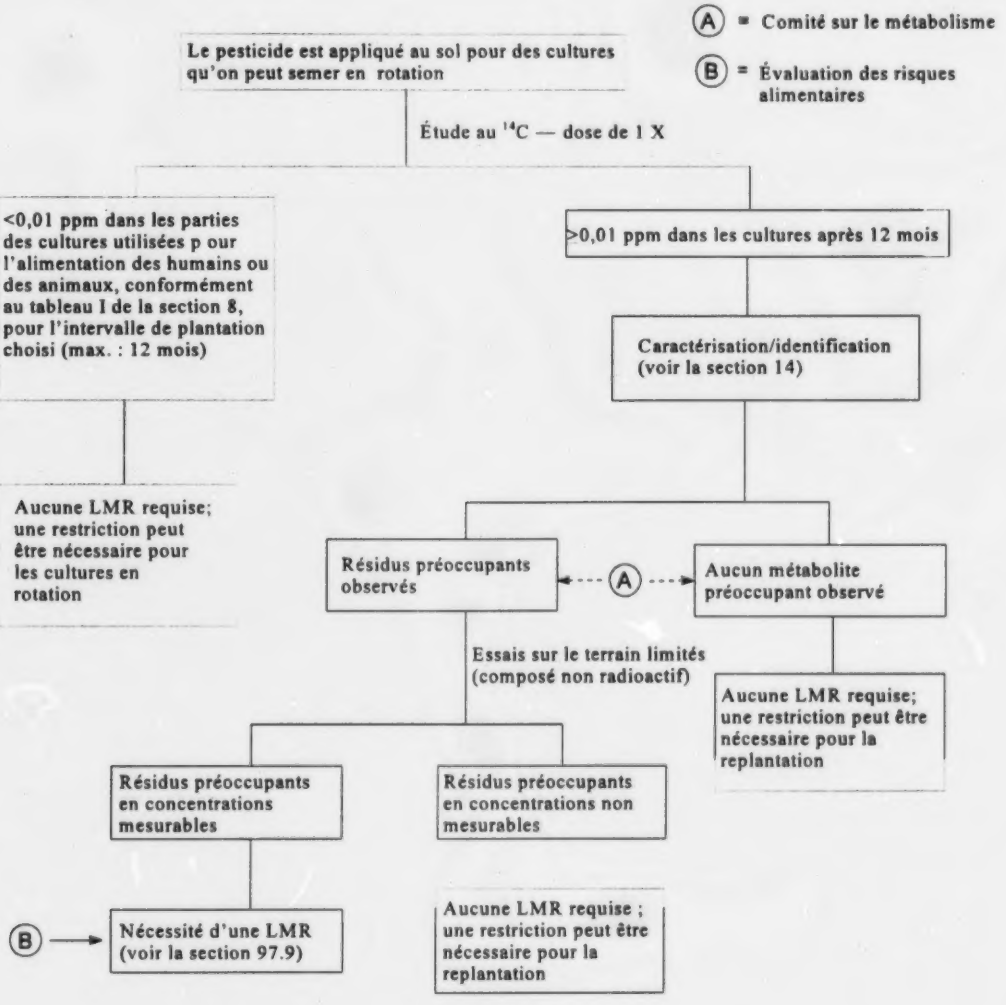
Les études d'accumulation dans les cultures visent à démontrer la translocation et la disposition d'un pesticide radiomarqué, en milieu clos; ces études sont normalement réalisées en serre. Elles permettront à l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) de déterminer la nature et la quantité des résidus de pesticides absorbés par les cultures en rotation. Ces données servent à établir des restrictions fondées scientifiquement pour la rotation des cultures (intervalle de temps entre la date de l'application et celle à laquelle des cultures en rotation peuvent être plantées) ou à déterminer si des essais sur le terrain limités sont requis pour les cultures en rotation.

13.2.1 Historique

Des études d'accumulation dans des cultures en rotation en milieu clos peuvent être requises pour des utilisations de pesticides sur des cultures terrestres et aquatiques destinées à l'alimentation. L'expression « culture en rotation » désigne toute culture de grande production ou légumière, toute culture aquatique ou dans tout autre milieu, dont on peut raisonnablement attendre la production d'un type d'aliment pour les humains ou les animaux après son traitement et sa récolte. Le but de ces études est de déterminer la nature et la quantité des résidus de pesticides absorbés par les cultures en rotation. L'étude en milieu clos utilise des composés radioactifs appliqués sur une petite parcelle. Les résultats de ces études avec des produits chimiques radiomarqués servent à déterminer si des études sur le terrain (à l'aide de pesticides non radioactifs) sont requises. Avec ces données, on peut établir des restrictions appropriées pour les cultures en rotation (intervalle de temps entre la date de l'application et celle de la plantation des cultures en rotation) et déterminer le besoin de limites maximales de résidus (LMR) pour les cultures en rotation.

L'Agence a décidé que des études de cultures en rotation ne seraient pas requises pour des utilisations de pesticides sur les produits ou groupes de cultures suivants : asperge, avocat, banane, groupe de cultures des petits fruits, groupe de cultures des agrumes, noix de coco, canneberge, datte, figue, ginseng, artichaut, raisin, goyave, kiwi, mangue, champignon, olive, papaye, fruit de la passion, ananas, plantain, groupe de cultures des fruits à pépins, rhubarbe, groupe de cultures des fruits à noyau et groupe de cultures des noix. Se référer à la section 15, *Groupes de cultures*, pour des listes complètes des cultures de chaque groupe de cultures.

Figure 1



13.2.2 Considérations scientifiques

Les études de cultures en rotation en milieu clos sont essentiellement des études métaboliques; par conséquent, avant d'effectuer une étude de culture en rotation en milieu clos, on doit consulter la section 2, *Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage*, (Nota : dans le cas des études de cultures en rotation en milieu clos, la dose est de 1 X, et non pas une dose en excès). La présente section fera souvent référence à ce document lors des discussions portant sur diverses phases des expériences prévues. La figure 1 présente un ordinogramme décrivant l'approche examinée dans la présente ligne directrice.

On doit considérer les facteurs ci-dessous lors d'une étude de culture en rotation en milieu clos. Le composé d'essai doit être la matière active pure radiomarquée au ^{14}C à

une position non labile (p. ex., sur un cycle). On ne doit appliquer le composé initial que sur le type de sol approprié (habituellement un loam sableux) à la dose maximale saisonnière indiquée sur l'étiquette (1 X) et on doit planter les trois cultures en rotation requises (une petite céréale [p. ex., blé, orge, avoine, seigle], un légume-feuille [p. ex., épinard, laitue] et une culture de racines/tubercules [p. ex., radis, betterave potagère, carotte]) en utilisant des intervalles appropriés de repos du sol (p. ex., 1, 4 et 12 mois). Le légume-racine représentatif ne doit pas être un légume à bulbe comme l'oignon ou l'ail. On peut remplacer un légume-feuille par le soja à cause de l'importance de cette culture dans les cultures en rotation habituelles. Si le sol est traité avant la plantation, on peut y planter une culture principale pendant la période de repos. Cette culture principale doit être récoltée d'une façon conforme aux pratiques agricoles habituelles. Il n'est pas nécessaire d'échantillonner le sol.

On doit récolter les trois cultures en rotation, échantillonner les parties appropriées des plantes et les calciner pour en doser les RRT (voir le tableau I dans section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*). À ce point, si chacune des trois cultures présente une concentration de RRT inférieure à 0,01 ppm[1] dans ses parties comestibles lors d'une des replantations, ou après un intervalle de repos du sol, des études supplémentaires peuvent alors être superflues. On peut choisir, comme restriction appropriée pour une culture en rotation, le plus court intervalle pour lequel aucune concentration de RRT n'est ni supérieure, ni égale à 0,01 ppm, à la condition que le demandeur consente à indiquer cet intervalle sur l'étiquette. Si la concentration de RRT est inférieure à 0,01 ppm dans les trois cultures pour l'intervalle d'un mois, alors aucune restriction visant la replantation ne sera nécessaire sur l'étiquette. Cependant, si, lors des trois études en milieu clos, on note des différences entre les intervalles minimaux pour lesquels la concentration de RRT est inférieure à 0,01 ppm, on choisira alors, comme restriction pour les cultures en rotation, l'intervalle approprié pour chaque groupe de cultures soumis à l'essai et on appliquera l'intervalle le plus long à toutes les autres cultures en rotation (non soumises à l'essai). Voici un exemple illustrant cette méthode.

Avec le légume-feuille, la concentration de RRT est inférieure à 0,01 ppm pour l'intervalle de replantation d'un mois; avec le légume-racine, cette concentration est inférieure à 0,01 ppm pour l'intervalle de quatre mois et avec la céréale, elle est inférieure à 0,01 ppm pour l'intervalle de neuf mois. Les restrictions visant les cultures en rotation seraient alors d'un mois pour les légumes-feuilles, de quatre mois pour les légumes-racines et de neuf mois pour les petites céréales et toutes les autres cultures en rotation. Le demandeur peut, à son gré, effectuer des études supplémentaires de cultures en

[1] L'ARLA admet qu'au Canada, la limite réglementaire générale de 0,1 ppm est généralement considérée comme une valeur de référence mais toutefois, pour tenir compte du commerce international avec les É.-U. et des limites de « tolérance zéro » de ce pays, il peut être nécessaire de déterminer la concentration de ces résidus à des valeurs inférieures à cette concentration de référence.

rotation en milieu clos en utilisant d'autres cultures afin de déterminer des intervalles moins restrictifs basés sur les taux de radioactivité.
Dans de rares cas, les toxicologues peuvent être préoccupés par la présence d'un pesticide ou d'un métabolite à des concentrations inférieures à 0,01 ppm. Alors, la détermination de la présence (ou de l'absence) de métabolites préoccupants particuliers à des concentrations inférieures à 0,01 ppm peut être nécessaire.

Si l'une ou l'autre des plantes utilisées pour les études en milieu clos dépasse la valeur seuil (0,01 ppm) pour l'intervalle de douze mois, on doit alors déterminer la nature de tout résidu dont la concentration de RRT est supérieure à 0,01 ppm dans ces cultures d'essai. Pour une description du mandat et de la proposition concernant la procédure à suivre pour cette détermination, le demandeur doit se référer à la section 2, Nature des résidus - végétaux, animaux d'élevage, (en tenant compte du commentaire ci-dessus concernant la dose à utiliser pour les études de cultures en rotation en milieu clos). Si l'une ou l'autre des trois cultures présente des concentrations inférieures à 0,01 ppm pour un intervalle donné, mais que le demandeur veut indiquer un intervalle plus court sur l'étiquette pour la culture dont la concentration de RRT est supérieure à 0,01 ppm, alors la composition des RRT dans cette culture en rotation (à l'intervalle choisi) doit être déterminée selon la description ci-dessus pour les parties des cultures dans lesquelles la valeur seuil (0,01 ppm) était dépassée. Si plusieurs échantillons d'une culture sont disponibles pour l'intervalle choisi, on doit utiliser l'échantillon ayant la concentration de RRT la plus élevée. Dans l'un ou l'autre des cas ci-dessus, cette information est nécessaire afin que l'Agence puisse tirer une conclusion concernant la nature du résidu (s'agit-il d'un résidu fortuit non préoccupant?) ou la nécessité d'effectuer, pour cette détermination, des essais sur le terrain avec des composés non radioactifs. (On traite de cette question dans la section 14, *Accumulation dans les cultures sur le terrain*.)

Si, dans les cultures en rotation, le métabolisme semble être différent de celui observé dans la culture principale, c'est-à-dire si les métabolites observés dans les cultures en rotation sont différents de ceux de la culture principale, l'Agence devra déterminer, normalement par l'intermédiaire du Comité sur le métabolisme de la Division de l'évaluation sanitaire (DES), si les métabolites des cultures en rotation sont préoccupants aux concentrations observées.

Voici des exemples des situations décrites ci-dessus.

Les études métaboliques chez la culture principale (cible) indiquent que le composé initial et les métabolites A, B, C, D et E sont présents dans la plante. L'Agence décide alors que l'exigence de détermination des LMR ne s'applique qu'au composé initial et au métabolite B. Donc, les trois scénarios suivants sont possibles pour les cultures en rotation :

i) Les études de cultures en rotation en milieu clos indiquent que la concentration de RRT est supérieure à 0,01 ppm et que le composé initial et les métabolites A, B, C et D sont présents. On exigera normalement, pour les cultures en rotation, des essais sur le terrain limités avec des analyses du composé initial et du métabolite B s'il est déterminé que ces résidus pourraient être présents à des concentrations décelables. Cependant, si les métabolites A, C et D sont présents à des concentrations beaucoup plus élevées dans les cultures en rotation que dans la culture principale, on peut consulter le comité sur le métabolisme de la DES pour savoir s'il faut doser les autres métabolites.

ii) Les études de cultures en rotation en milieu clos indiquent que la concentration de RRT est supérieure à 0,01 ppm et que les résidus radioactifs ne sont constitués que des métabolites D et E. Dans ce cas, l'Agence devrait normalement conclure qu'il s'agit d'un cas de résidu fortuit non préoccupant et aucun essai sur le terrain ne devrait alors être requis. Une restriction pour les cultures en rotation, c.-à-d. visant l'intervalle de replantation, peut être nécessaire. Cependant, comme ci-dessus, si les métabolites D et E sont présents à des concentrations beaucoup plus élevées dans les cultures en rotation que dans la culture principale, on peut consulter le comité sur le métabolisme de la DES pour savoir s'il faut doser ces métabolites.

iii) Les études de cultures en rotation en milieu clos indiquent que la concentration de RRT est supérieure à 0,01 ppm et que le composé initial n'est pas présent, mais que la plus grande partie des RRT est constituée du nouveau métabolite F. Dans ce cas, on doit décider si ce nouveau métabolite est préoccupant sur le plan toxicologique. On peut alors consulter le comité sur le métabolisme de la DES s'il faut décider rapidement. S'il est conclu que ce métabolite est préoccupant aux concentrations vraisemblablement présentes, il faut alors doser le métabolite F dans les cultures en rotation au cours des essais sur le terrain limités. Mais s'il est établi que ce métabolite n'est pas préoccupant, comme en ii) ci-dessus, il s'agit alors d'un cas de résidu fortuit non préoccupant et des essais sur le terrain ne sont pas nécessaires. Cependant, une restriction visant les cultures en rotation peut être nécessaire.

Il est recommandé que les résultats des études en milieu clos soient présentés à l'Agence aussitôt que possible afin que cette dernière puisse déterminer s'il peut y avoir des résidus préoccupants fortuits (dans ces cas, des essais sur le terrain limités peuvent être requis). Cette mesure doit permettre au demandeur de concevoir des essais sur le terrain d'une façon plus efficace (tenant compte des composés qui nécessitent des analyses au cours des essais sur le terrain).

13.3 Normes pour les essais

13.3.1 Substance d'essai

On doit effectuer cette étude à l'aide de la matière radiomarquée de qualité analytique. Si des structures polycycliques ou des chaînes latérales toxicologiquement significatives sont présentes, on exigera normalement des études distinctes avec marquage de chaque cycle ou chaîne latérale (voir la section 2, *Nature des résidus - végétaux. animaux d'élevage*).

13.3.2 Méthodes expérimentales

i) Cette étude doit être effectuée sur un sol de type loam sableux traité par la substance d'essai appliquée à une dose équivalente à la dose maximale saisonnière (1 X) dans des conditions réelles d'utilisation sur le terrain. Cependant, si les instructions sur l'étiquette du produit limitent son utilisation à un sol d'un type autre que le loam sableux, l'étude doit alors être effectuée avec le type de sol spécifié sur l'étiquette. Dans les deux cas, le sol ne doit pas être stérilisé. De plus, si la dose maximale saisonnière ne peut être atteinte que par plusieurs traitements dans des conditions réelles d'utilisation (comme c'est le cas pour un grand nombre d'insecticides foliaires et de fongicides), on peut appliquer le composé radiomarqué au sol selon une technique semblable. En d'autres termes, avec ces matières actives, il n'est pas nécessaire d'appliquer toute la dose saisonnière en une seule fois. On considérera alors que la période de repos du sol commence à la dernière application.

ii) L'étude peut être effectuée soit en serre, soit sur une parcelle à l'extérieur ou dans un contenant. Après son application au sol, le pesticide peut être incorporé à ce dernier si l'étiquette du produit le prescrit ou s'il s'agit d'une pratique agricole habituelle.

iii) Après le traitement du sol, on doit laisser reposer le pesticide dans le sol dans des conditions aérobies pendant une période de temps voisine de celle de la pratique agricole prévue (p. ex., une année pour les cultures plantées en rotation l'année suivante, 120 jours pour les cultures plantées en rotation immédiatement après la récolte et 30 jours pour l'évaluation des circonstances reliées à une mauvaise récolte). Si le sol est traité avant la plantation, on peut y planter une culture principale pendant la période de repos.

iv) Les cultures plantées dans le sol traité et reposé doivent inclure celles qui sont prévues selon le calendrier de rotation proposé et, si possible, être représentatives de chacun des groupes de cultures suivants : légumes-racines et tubercules (p. ex. radis, betterave potagère, carotte), petites céréales (blé, orge, avoine, seigle) et légumes-feuilles (p. ex., épinard, laitue). On peut remplacer un légume-feuille par le soja à cause de l'importance de cette culture dans les cultures en rotation habituelles. On doit doser les résidus des cultures choisies à des intervalles de récolte appropriés. (Il faut analyser les résidus des cultures choisies à plusieurs

intervalles si des cultures mûres et non mûres sont normalement récoltées selon les pratiques agricoles habituelles.)

13.4 Présentation et évaluation des données

i) Le demandeur doit caractériser et, si possible, identifier les résidus significatifs des cultures soumises à l'essai, et présenter les résultats des analyses. Ces résidus significatifs sont notamment le composé initial, les produits de dégradation étroitement apparentés, les métabolites et (ou) leurs composés conjugués dans la culture. Si l'identification des résidus n'est pas possible parce que les quantités des échantillons sont insuffisantes, il faut alors combiner les échantillons provenant d'essais en plusieurs exemplaires effectués simultanément afin de permettre leur identification. D'après les résultats de cette étude, l'Agence déterminera s'il faut des études supplémentaires pour mesurer l'accumulation de résidus de pesticides dans les conditions réelles sur le terrain utilisées pour les cultures en rotation. Si ces études sur le terrain sont nécessaires, le demandeur devra déterminer s'il doit effectuer les études sur le terrain limitées décrites dans la section 14, *Accumulation dans les cultures en rotation sur le terrain* (deux essais par culture représentative) ou s'il doit effectuer un ensemble complet d'essais dans les cultures sur le terrain, conformément à la section 9, *Essais dans les cultures sur le terrain*, afin d'étayer l'établissement d'une LMR pour les cultures en rotation.

ii) Selon la culture à l'essai, on doit effectuer des analyses distinctes pour les parties des plantes considérées comme des produits agricoles bruts (voir le tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*). Cependant, même si la partie aérienne d'un légume-racine ne figure pas au tableau I, on doit analyser aussi bien la partie aérienne que la partie radicale des légumes-racines.

iii) On doit échantillonner le sol après le traitement, au moment de la replantation et à la récolte, afin de déterminer les concentrations des RRT dans le sol.

iv) On doit présenter une description des conditions de croissance. Si l'étude est effectuée à l'extérieur, on doit rapporter les données pluviométriques, les données de surveillance de la température et les conditions climatiques générales pendant la période de l'essai.

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

13.5 Présentation des données

Voici comment présenter le rapport d'étude et dans quel ordre.

13.5.1 Page titre/page de couverture

La page titre et les exigences supplémentaires concernant la documentation (les exigences de présentation des données et la déclaration de non divulgation de données confidentielles), si elles sont pertinentes pour l'étude, doivent précéder le corps de l'étude (voir les projets de directive d'homologation (ou directives de remplacement) Pro97-01, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré* et Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués*.

13.5.2 Table des matières

La table des matières doit être placée après la page titre, les pages des données de confidentialité et celles des bonnes pratiques de laboratoire. Cette page doit indiquer l'organisation d'ensemble de l'étude et présenter une liste des tableaux et des figures.

13.5.3 Résumé

Cette section doit présenter un résumé de l'ensemble de l'étude et couvrir les points suivants :

i) Substance chimique d'essai (utiliser le même nom dans tout le rapport), sa formulation et son mode d'application. On peut inclure dans cette section une description de la structure de la substance chimique et de ses métabolites.

ii) Entretien de la parcelle traitée.

iii) Présentation d'un tableau comme ci-dessous, avec un titre approprié :

Tissus végétaux	Nombre de jours entre l'application et la plantation	Résidus (ppm)		
		Totaux	Composé initial	Métabolites[1]

iv) Discussion des problèmes (par exemple, des difficultés techniques ou de conditions météorologiques inhabituelles) qui ont rendu nécessaires des écarts par rapport au

[1] Il peut être nécessaire de nommer et de mesurer séparément chacun des métabolites.

protocole expérimental prévu, et description des effets de ces écarts sur les résultats de l'étude.

v) Nom et numéro de téléphone d'une personne ressource au cas où le responsable de l'examen aurait besoin d'informations techniques concernant l'étude. (Cette section est facultative, mais elle peut faciliter l'examen s'il y a des questions.)

13.5.4 Introduction

Cette section doit commencer par une explication du but de l'étude, des exigences auxquelles elle doit satisfaire et, le cas échéant, de sa pertinence pour étayer la position du demandeur. On doit aussi placer dans cette section les informations contextuelles et historiques concernant l'étude.

13.5.5 Matériel/méthodes

Le demandeur peut choisir de décrire le matériel et les méthodes dans des sections distinctes ou combiner ces informations en une seule section, comme dans la présentation ci-dessous. Cette section doit être présentée sous une forme narrative. On doit placer dans celle-ci toutes les précisions (et notamment les dessins et photographies) concernant le matériel, l'équipement, la conception expérimentale, les parcelles d'essai ou les contenants, les procédures utilisées dans le cadre de l'étude, ainsi que les différentes phases de l'étude. De plus, on doit inclure les informations suivantes, selon les besoins :

i) Substance chimique. Indiquer la pureté de la substance, son activité en curies/mole, son taux de désintégration par minute par gramme (désintégrations/min·g) et son site moléculaire de radiomarquage.

ii) Site

A) Si l'on utilise des parcelles d'essai à l'extérieur :

1) Inclure une carte décrivant l'emplacement, la topographie et les dimensions, ainsi que l'emplacement et les dimensions de toute parcelle témoin par rapport à la parcelle d'essai; indiquer si la parcelle d'essai contient un réseau de drainage souterrain.

2) Décrire le moyen utilisé pour confiner la substance d'essai aux lieux entourant les plantations d'essai, p. ex. une canalisation d'aluminium enfouie dans le sol.

3) Indiquer les caractéristiques du sol de la parcelle (pourcentage de sable, de limon, d'argile, de matières organiques, pH, capacité d'échange cationique et capacité de rétention d'eau).

4) Présenter un bilan complet des températures et des précipitations quotidiennes et des données d'évaporation en cuvette pour toute la durée de l'étude et indiquer comment ces conditions se comparent aux conditions moyennes de température et de précipitations sur le site d'essai d'après les enregistrements de la station météorologique la plus proche.

5) Inclure les données historiques sur la culture et sur l'utilisation des pesticides sur la parcelle pendant la période des trois années précédant l'étude.

B) Si l'on utilise des contenants (intérieurs ou extérieurs) pour l'essai, fournir des informations sur leur taille ainsi que sur la quantité de sol utilisée, son type et ses caractéristiques, conformément à la section A ci-dessus, et d'autres précisions particulières (p. ex. la température et les précipitations).

iii) Méthode d'essai

A) Généralités

1) Indiquer la date et la technique de préparation de la parcelle ou du contenant avant l'application du pesticide;

2) Indiquer le mode et la date d'application du pesticide, les conditions ambiantes au moment de l'application, ainsi que la dose et la technique d'application. Joindre des descriptions semblables pour chacune des applications supplémentaires effectuées, et des informations sur la quantité de pesticide appliquée par rapport aux doses réelles d'utilisation. Indiquer si la technique d'application différait des recommandations sur l'étiquette.

3) Joindre une description du traitement de la parcelle après la récolte de la culture principale et avant la plantation de la culture secondaire en rotation, pendant la plantation de la culture en rotation et pendant sa croissance.

4) Identifier la culture principale et la culture secondaire, le cas échéant, et indiquer le mode et la date de plantation de la culture principale et des cultures secondaires.

5) Décrire tout entretien des cultures après le traitement, p. ex. application d'engrais et d'autres pesticides, irrigation (s'il y a lieu; préciser alors le volume et la provenance de l'eau), préparation du sol, désherbage, etc.

6) Décrire les techniques de récolte et d'échantillonnage des cultures, la procédure et les dispositifs utilisés, et indiquer la date de la récolte de la culture principale et des cultures secondaires.

7) Dans cette section, identifier les cultures plantées en rotation; décrire également la procédure utilisée pour la plantation des cultures en rotation; indiquer le nombre de jours entre le traitement de la culture initiale par le pesticide et la plantation de la culture en rotation; et fournir une description de toutes les procédures utilisées pour l'entretien des cultures en rotation (comme on l'a fait pour la culture traitée), la méthode d'échantillonnage et le nombre échantillons ou d'exemplaires prélevés. Indiquer toutes les dates en « nombre de jours après l'application du pesticide ».

8) Décrire la manipulation des échantillons de cultures, du prélèvement jusqu'à l'analyse, en accordant une attention spéciale aux conditions dans lesquelles ils ont été entreposés et à la procédure de décongélation (pour les spécimens congelés); indiquer aussi les données de stabilité durant l'entreposage, qui doivent permettre de déterminer si les résidus de pesticide sont stables dans les conditions d'entreposage; indiquer également les dates auxquelles les échantillons ont été entreposés/congelés, décongelés, extraits et analysés.

9) Présenter des informations sur la durée prévue de conservation des échantillons et sur les conditions de leur conservation (au cas où des analyses supplémentaires seraient nécessaires).

10) Expliquer toute difficulté ou tout problème spécial survenu pendant l'étude et ayant nécessité des écarts par rapport au protocole expérimental prévu, ainsi que les effets possibles de ces écarts sur les résultats.

B) Méthode d'analyse

1) On doit inclure dans cette section une description complète de chacune des méthodes utilisées dans cette étude. Noter que ceci inclut les méthodes utilisées avec les produits de dégradation, le cas échéant. On doit également y inclure les données de validation de la méthode, celles sur le taux de récupération, le seuil de détection, la limite de détermination, les procédures de contrôle de la qualité et les résultats, des chromatogrammes types et des exemples de calculs. On doit aussi joindre une description détaillée des procédures utilisées pour la préparation et la manipulation des échantillons pendant tout le processus.

2) Indiquer les instruments, l'équipement et les réactifs utilisés, ainsi que les conditions de fonctionnement des instruments.

3) Inclure ici les figures ou les photographies de tout matériel spécial utilisé avec les méthodes, ainsi que des ordinogrammes de procédures complexes d'extraction ou de purification.

4) Indiquer les résultats des analyses de tous les échantillons de cultures.

13.5.6 Résultats/discussion

i) Cette section doit présenter les résultats scientifiques de l'étude, par exemple :

A) Des descriptions narratives et des tableaux indiquant les étapes utilisées pour la détermination des résidus de pesticide dans les échantillons de cultures, et des présentations graphiques des données (accompagnées des tableaux des valeurs qui ont servi à tracer ces graphiques).

B) Les résultats de l'analyse de toute parcelle témoin. Le demandeur doit noter que, pour les échantillons de cultures des parcelles témoins et des parcelles traitées (et (ou) des contenants témoins et traités), des analyses des concentrations des résidus radioactifs sont requises.

C) On doit caractériser et (ou) identifier les résidus significatifs, et examiner avec soin les résultats afin de déterminer la nature des produits de dégradation issus du métabolisme de la plante ou du métabolisme dans le sol, de l'hydrolyse et de la photolyse.

ii) Cette section doit contenir un tableau des structures et des noms ou désignations des substances chimiques, ainsi que les concentrations en ppm et les pourcentages des RRT, tant pour le composé initial que pour les produits de dégradation mentionnés dans l'étude.

13.5.7 Conclusion

Cette section doit présenter une discussion sur la nature, la concentration et l'importance toxicologique des résidus du composé initial, des métabolites et des produits de dégradation observés dans les cultures en rotation.

13.5.8 Certification

Cette section doit comporter :

i) les signatures du directeur d'études et des chercheurs scientifiques principaux responsables de l'étude;

ii) une déclaration du demandeur affirmant que le rapport présenté est un exemplaire complet et non modifié du rapport fourni par le laboratoire responsable des essais.

13.5.9 Tableaux/figures

Pour la numérotation des tableaux et des figures, il est recommandé d'utiliser des chiffres arabes pour les figures et des chiffres romains pour les tableaux.

13.5.10 Références

13.5.11 Autres renseignements

Le demandeur peut choisir d'inclure en annexe des tirés à part des méthodes et d'autres études, des données brutes, des exemplaires de lettres ou de notes de service pertinentes et des documents à l'appui de ses conclusions, qui ne relèvent d'aucune autre section du rapport décrite ci-dessus.

13.6 Références

1. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

2. Directives de l'ARLA

   Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré.*

   Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués.*

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 14

ACCUMULATION DANS LES CULTURES EN ROTATION SUR LE TERRAIN

14.1 Préface

La présente ligne directrice s'applique aux essais exigés en vertu de la *Loi sur les aliments et drogues,* de la *Loi sur les produits antiparasitaires* et de leur règlement d'application respectif.

14.2 Introduction

Les données d'études d'accumulation dans des cultures en rotation sur le terrain permettront à l'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) de déterminer dans des conditions réelles d'utilisation sur le terrain la quantité de résidus de pesticides absorbés par les cultures en rotation. Ces données servent à établir des restrictions fondées scientifiquement pour la rotation des cultures (intervalle de temps entre la date de l'application et celle à laquelle des cultures en rotation peuvent être plantées) ou à déterminer si des limites maximales de résidus (LMR) sont requises pour les cultures en rotation.

14.2.1 Historique

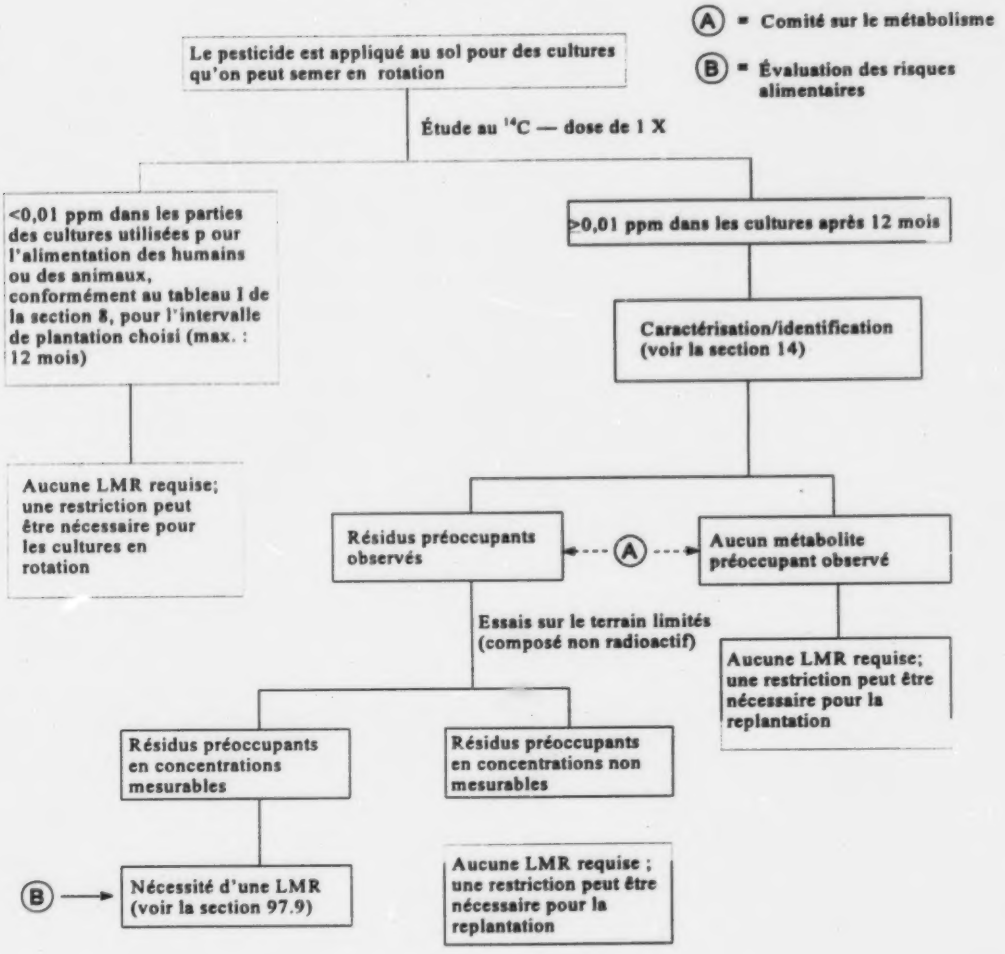
Des études sur des cultures en rotation en milieu clos et sur le terrain peuvent être requises pour des utilisations de pesticides sur des cultures terrestres et aquatiques destinées à l'alimentation. L'expression « culture en rotation » désigne toute culture de grande production ou légumière, toute culture aquatique ou dans tout autre milieu dont on peut raisonnablement attendre la production d'un type d'aliment pour les humains ou les animaux après son traitement et sa récolte. Le but de ces études est de déterminer la nature et la quantité des résidus de pesticide absorbés par les cultures en rotation. L'étude utilise un produit commercial type appliqué sur une parcelle de terrain. Les résultats de ces études servent à déterminer s'il y a formation de résidus dans les cultures en rotation exploitées dans des conditions réelles sur le terrain. Avec ces données, on peut établir des restrictions appropriées pour les cultures en rotation (intervalle de temps entre la date de l'application et celle de la plantation des cultures en rotation) et déterminer le besoin des LMR pour les cultures en rotation.

L'Agence a décidé que des études de cultures en rotation ne seraient pas requises pour des utilisations de pesticides sur les produits ou groupes de cultures suivants : asperge, avocat, banane, groupe de cultures des petits fruits, groupe de cultures des agrumes, noix de coco, canneberge, datte, figue, ginseng, artichaut, raisin, goyave, kiwi, mangue, champignon, olive, papaye, fruit de la passion, ananas, plantain, groupe de cultures des fruits à pépins, rhubarbe, groupe de cultures des fruits à noyau et groupe de cultures des noix. Se référer à la section 15, *Groupes de cultures*, pour des listes complètes des cultures de chaque groupe de cultures.

14.2.2 Considérations scientifiques

Lorsque la concentration des résidus radioactifs totaux dans les cultures en rotation en milieu clos sont égales ou supérieures à 0,01 ppm pour l'intervalle de rotation choisi ou pour douze mois, et lorsque la nature des résidus dans les cultures en rotation aura été élucidée, le demandeur devra tenir compte de la position de l'Agence concernant les résidus visés par la réglementation dans la culture principale (voir la section 13, *Accumulation dans les cultures en rotation en milieu clos*, ainsi que la figure 1) afin de décider s'il faut entreprendre le premier volet d'essais sur le terrain. En effet, si la composition des résidus radioactifs totaux (RRT) dans les cultures en rotation est telle que les résidus visés par la réglementation sont observés à des concentrations supérieures ou égales à 0,01 ppm dans la culture en rotation (selon les critères établis dans la section 2, *Nature des résidus - végétaux et animaux d'élevage*, il faut alors effectuer des essais sur le terrain. Si la concentration des résidus préoccupants (RP) dans l'étude en milieu clos est supérieure ou égale à 0,01 ppm, mais inférieure à la limite de détermination de la méthode de dosage prescrite pour les échantillons de l'essai sur le terrain, l'Agence examinera alors au cas par cas la possibilité d'une exemption d'essais sur le terrain.

Figure 1



On doit effectuer des essais sur le terrain limités avec une culture représentative (selon la définition de la section 15, *Groupes de cultures*) à deux sites par culture pour les trois groupes de cultures suivants : légumes-racines et tubercules, légumes-feuilles et petites céréales (blé, orge, avoine, seigle), soit six essais en tout. Comme dans le cas des études en milieu clos (section 13, *Accumulation dans les cultures en rotation en milieu clos*), on peut remplacer un légume-feuille par le soja. Les six essais doivent porter sur des cultures que le demandeur souhaite désigner comme cultures en rotation sur l'étiquette.

Même si l'on n'observe pas d'absorption de RP dans une ou deux des cultures représentatives de l'étude en milieu clos, l'Agence exige néanmoins six essais sur le terrain. Les essais peuvent être répartis au gré du demandeur parmi des cultures représentatives présentant des signes d'absorption. De plus, certains de ces six essais peuvent être effectués avec d'autres cultures couramment utilisées en rotation, comme la luzerne et le soja.

On doit traiter le sol à la dose maximale indiquée sur l'étiquette, avec le nombre maximum d'applications, et on doit planter les cultures appropriées après l'intervalle minimum de repos. Cependant, si le pesticide ne doit être appliqué qu'au feuillage, le traitement utilisé pour les études sur le terrain peut être semblable. On doit récolter les cultures et on doit analyser toutes les parties de la plante (y compris les feuilles des légumes-racines et des légumes-tubercules) désignées comme produits agricoles bruts au tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*, pour en doser les résidus préoccupants observés dans les cultures principales. On doit aussi doser tout autre résidu préoccupant propre aux cultures en rotation qui répond aux critères énoncés dans la section 13, *Accumulation dans les cultures en rotation en milieu clos*. Les limites de détermination dans le cas des cultures en rotation doivent être comparables à celles observées dans le cas des cultures principales. Le demandeur doit décrire comment les valeurs des limites de détermination ont été calculées et mentionner toute référence appropriée.

Les méthodes employées pour l'analyse des cultures en rotation doivent être spécifiques de tous les RP de pesticides dans les produits examinés. S'il y a présence de composés gênant l'analyse, on considérera qu'il y a non-conformité et cela entraînera le rejet des études. Il serait aussi souhaitable d'utiliser des sites sur lesquels le pesticide à l'essai n'a pas déjà été appliqué. Si l'on constate la présence de résidus dans des échantillons de cultures témoins, l'Agence ne rejettera pas automatiquement les études sur le terrain. L'ensemble de l'étude sera examiné et on tiendra compte de facteurs comme les concentrations relatives de résidus dans les échantillons traités et les témoins. Comme dans le cas de l'étude sur l'accumulation dans les cultures en rotation en milieu clos, on doit analyser le sol après le traitement, au moment de la replantation et lors de la récolte afin de doser les résidus finals totaux.

Si l'on n'observe aucune concentration de résidus supérieure à la limite de détermination dans les produits agricoles bruts des essais sur le terrain limités, aucune LMR n'est alors exigée. Cependant, des restrictions touchant la replantation seront normalement requises à moins que l'étude en milieu clos n'indique l'absence de RP avec un intervalle de replantation de 30 jours.

Si les essais sur le terrain limités ci-dessus indiquent la présence de résidus mesurables, on exigera alors des LMR pour les cultures en rotation. L'exigence visant le nombre d'essais devrait alors être la même que celle qui sert à établir les principales tolérances pour toutes les cultures ou groupes de cultures que le demandeur souhaite désigner comme cultures en rotation sur l'étiquette. Si ce dernier veut que toutes les cultures soient autorisées comme cultures en rotation, alors des données quantitatives sur les résidus sont requises pour des cultures représentatives (voir la section 15, *Groupes de cultures*) de tous les groupes de cultures qui peuvent être plantées dans une séquence type de cultures en rotation. Pour ce qui est du traitement, ces essais doivent être effectués de la façon indiquée ci-dessus pour les essais limités. Si le demandeur croit qu'un nombre moindre de cultures devraient être utilisées en rotation à cause de la nature du pesticide ou à cause

de son mode d'emploi, il faut alors consulter l'Agence au sujet des données particulières exigées.

S'il y a des LMR pour les cultures à utiliser en rotation, alors des données de rotation pour ces cultures ne devraient être requises que si les concentrations de résidus dans ces cultures dépassaient 0,01 ppm.

14.3 Normes pour les essais

14.3.1 Substance d'essai

La substance d'essai doit être une formulation type. Si plus d'une formulation type est homologuée, il faut alors considérer plusieurs facteurs pour déterminer le(s) type(s) à utiliser. Si une formulation exige une dose notablement supérieure à celle des autres, c'est elle qui doit être appliquée aux parcelles prévues pour les cultures en rotation. Si toutes les formulations exigent des doses semblables mais que l'une d'elles a été conçue spécifiquement pour que sa demi-vie soit plus longue dans l'environnement (p. ex., produit à libération contrôlée), c'est cette dernière qui doit être choisie comme substance d'essai. On doit aussi se référer à la discussion sur les formulations dans la section 9, *Essais dans les cultures sur le terrain*, qui indique que dans le cas des formulations diluées dans l'eau et appliquées au début de la saison de croissance, les données sur les résidus des cultures cibles mesurées pour les unes peuvent, après conversion, s'appliquer aux autres. Ce type de conversion des données semble aussi approprié pour les études de cultures en rotation sur le terrain. Par conséquent, les données sur les cultures en rotation obtenues avec une poudre mouillable pourraient s'appliquer à d'autres formulations comme les concentrés émulsifiables et les granulés dispersables dans l'eau. Cependant, comme c'est le cas avec les cultures cibles ou principales, on exigera normalement, pour les cultures en rotation, des études distinctes obtenues avec des formulations granulées, à moins que l'on ne dispose de données indiquant les demi-vies relatives de la matière active dans le sol en fonction de la formulation.

14.3.2 Méthodes expérimentales

i) Sites.

Les sites des études peuvent être à l'extérieur du Canada à la condition qu'ils soient situés dans une région commune au Canada et aux É.-U. sur la carte de la section 9 (*Régions d'essais au champ pour les cultures dominantes et les cultures sur surfaces réduites au Canada et dans le nord des États-Unis*), ou dans une région non contiguë au Canada mais dont l'équivalence avec une région contiguë est justifiée scientifiquement. On doit effectuer des études d'accumulation sur le terrain dans au moins deux sites différents par culture. Ces sites doivent être représentatifs des régions où l'on prévoit la plantation des cultures en rotation. Dans la mesure du possible, le type de sol de l'un des sites d'essai doit être le même que celui qui a

servi à l'étude d'accumulation en milieu clos de la section 13, *Accumulation dans les cultures en rotation en milieu clos*. Dans le cas des profils d'utilisation restreinte ne s'appliquant qu'à une seule région type, on doit présenter des données pour deux sites semblables.

ii) Application.

A) Le sol du site d'essai doit être traité par la substance d'essai appliquée selon la méthode indiquée dans le mode d'emploi pour l'utilisation spécifiée sur l'étiquette du produit et à la dose la plus élevée recommandée sur cette étiquette. Cependant, si le pesticide ne doit être appliqué qu'au feuillage, on peut utiliser le même type de traitement pour les études sur le terrain.

B) Après le traitement, on doit laisser reposer le pesticide dans le sol, dans des conditions aérobies, pendant une durée voisine de celle de la pratique agricole prévue (p. ex., une année pour les cultures en rotation plantées l'année suivante, 120 jours pour les cultures en rotation plantées immédiatement après la récolte et 30 jours pour permettre l'évaluation des circonstances entourant une mauvaise récolte). On peut planter une culture principale pendant la période de repos.

iii) Échantillonnage.

A) Pour les cultures en rotation, on doit utiliser des cultures représentatives de légumes-racines et de légumes-tubercules, de petites céréales et de légumes-feuilles. On peut remplacer un légume-feuille par le soja.

B) Si le demandeur propose une LMR pour les résidus dans une culture en rotation, il doit planter, récolter et doser les résidus de cette culture aux sites d'essai choisis, conformément aux exigences décrites en détail dans la section 9, *Essais dans les cultures sur le terrain*.

C) À des temps de récolte appropriés, on doit doser les résidus des produits agricoles bruts (PAB) cultivés en rotation (y compris le feuillage des légumes-racines et des légumes-tubercules), conformément au tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*.

D) Durée des essais. On doit recueillir des données sur les résidus des cultures en rotation jusqu'au moment de la récolte normale des parties mûres des cultures.

14.4 Présentation et évaluation des données

En plus des exigences de présentation des rapports applicables spécifiées dans la section 9, *Essais dans les cultures sur le terrain*, on doit rapporter les données ci-dessous.

1) Les données des essais sur le terrain, et notamment :

   i) les dates de plantation et de récolte de la culture principale et des cultures secondaires (en rotation);

   ii) la quantité d'eau de pluie et d'irrigation (total cumulé de l'application à la récolte);

   iii) les données de surveillance de la température et une description des conditions climatiques générales sur le site d'essai pendant l'étude;

   iv) les techniques et les dates de plantation, de croissance et de récolte;

   v) les dates d'application du pesticide et la méthode utilisée;

   vi) les dates d'échantillonnage et les techniques utilisées pour les PAB de la culture principale, le cas échéant, et des cultures secondaires (en rotation);

   vii) les stades de développement des cultures lors de l'échantillonnage;

   viii) l'intervalle de temps entre l'application et la récolte (délai d'attente);

   ix) le poids de chacun des échantillons prélevés pour l'analyse.

2) Les résultats de l'analyse des résidus du composé initial et des métabolites dans les cultures. On doit effectuer des analyses distinctes pour les différentes parties de la plante comme au tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*. De plus, on doit effectuer des analyses de la partie aérienne et de la partie radicale des légumes racines.

L'ARLA effectue un examen préliminaire des études présentées avant qu'elles ne soient acceptées à l'étape de l'évaluation. On peut trouver des listes de vérification en vue de l'examen préliminaire sur le site Internet de l'ARLA ou en communiquant directement avec l'ARLA.

14.5 Présentation des données

Voici comment présenter le rapport d'étude et dans quel ordre.

14.5.1 Page titre/page de couverture

La page titre et les exigences supplémentaires concernant la documentation (les exigences de présentation des données et la déclaration de non divulgation de données confidentielles), si elles sont pertinentes pour l'étude, doivent précéder le corps de l'étude. Ces exigences sont décrites dans les directives d'homologation de l'ARLA, Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré* et Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués*.

14.5.2 Table des matières

La table des matières doit être placée après la page titre, les pages des données de confidentialité et celles des bonnes pratiques de laboratoire (BPL). Cette page doit indiquer l'organisation d'ensemble de l'étude et présenter une liste des tableaux et des figures.

14.5.3 Résumé

Cette section doit présenter un résumé de l'ensemble de l'étude et indiquer :

i) Le nom chimique et la formulation du pesticide, ainsi que sa méthode d'application à la culture principale (traitée). On peut inclure dans cette section une description de la structure du pesticide et de ses métabolites.

ii) La méthode d'entretien des parcelles traitées.

iii) Dans une description narrative ou un tableau (avec un titre approprié), l'information suivante :

   A) nombre de jours entre le traitement et la plantation des cultures secondaires (en rotation);

   B) âge de la culture (en jours) à chaque point d'échantillonnage (p. ex., aux stades du fourrage, du foin et du grain);

   C) résidus totaux (ppm). On doit aussi présenter séparément les résultats pour le composé initial et tous les métabolites préoccupants si la méthode permet de les mesurer.

iv) Une indication des problèmes (par exemple, des difficultés techniques ou des conditions météorologiques inhabituelles) qui ont rendu nécessaires des écarts par

rapport au protocole expérimental prévu, et une description des effets de ces écarts sur les résultats de l'étude.

v) Le nom et le numéro de téléphone d'une personne ressource au cas où le responsable de l'examen aurait besoin d'informations techniques concernant l'étude. Cette section est facultative, mais elle peut faciliter l'examen s'il y a des questions.

14.5.4 Introduction

Cette section doit commencer par une explication du but de l'étude, des exigences auxquelles elle doit satisfaire et, le cas échéant, de sa pertinence pour étayer la position du demandeur. On doit placer dans cette section les informations contextuelles et historiques concernant l'étude.

14.5.5 Matériel/méthodes

Cette section, présentée sous forme narrative selon l'ordre ci-dessous, doit comporter toutes les précisions pertinentes concernant le matériel, l'équipement, la conception expérimentale, les parcelles d'essai et les procédures utilisées dans le cadre de l'étude. On encourage le demandeur à inclure des dessins et des photographies de la parcelle, de l'équipement et des différentes phases de l'étude.

i) Substances chimiques

A) Matière active et type de formulation.

B) Inclure le pourcentage (en poids) de la matière active et, pour les formulations liquides, le poids de la matière active par unité de volume.

ii) Site

A) Inclure une carte des parcelles d'essai indiquant leur emplacement, leur topographie et leurs dimensions, ainsi que l'emplacement et les dimensions des parcelles témoins par rapport aux parcelles d'essai; les caractéristiques du sol (pourcentage de sable, de limon, d'argile et de matières organiques; pH; capacité de rétention d'eau).

B) Présenter un bilan complet des températures et des précipitations quotidiennes pour toute la durée de l'étude et indiquer comment ces conditions se comparent aux conditions moyennes de température et de précipitations sur le site d'essai.

iii) Culture

A) Données historiques sur la culture et l'utilisation des pesticides sur la parcelle pendant la période des trois années précédant l'étude.

B) Date et technique de préparation de la parcelle avant l'application du pesticide.

C) Nature de la culture principale (traitée); indiquer le mode et la date de plantation de la culture principale; indiquer le mode et la date d'application du pesticide étudié; les conditions météorologiques (température, précipitations, vitesse et direction du vent) et l'état du terrain au moment de l'application; la formulation du pesticide appliqué, les adjuvants ou les autres composés ajoutés au mélange pulvérisé/appliqué; la dose appliquée et la technique d'application. Présenter aussi une description semblable pour chacune des applications supplémentaires du pesticide étudié, le cas échéant. Indiquer la quantité de pesticide appliquée par rapport aux doses réelles d'utilisation; indiquer également si la technique d'application était différente des recommandations sur l'étiquette.

D) Description de tout entretien des cultures après traitement, par exemple utilisation d'engrais et d'autres pesticides, irrigation (le cas échéant; préciser alors le volume et la provenance de l'eau), préparation du sol, désherbage, etc.

iv) Méthode d'essai

A) Généralités

1) Indiquer la date de la récolte de la culture traitée; décrire le traitement de la parcelle après la récolte, pour préparer la plantation des cultures en rotation.

2) Identifier les cultures en rotation plantées au cours de l'étude; décrire la procédure utilisée pour la plantation des cultures en rotation; indiquer le nombre de jours entre la plantation des cultures et le traitement par le pesticide; décrire toutes les procédures utilisées pour l'entretien des cultures en rotation (comme on l'a fait pour la culture traitée), la méthode d'échantillonnage/de récolte et indiquer le nombre d'échantillons/d'exemplaires.

3) Décrire les manipulations du prélèvement des échantillons jusqu'à l'analyse, en accordant une attention particulière aux conditions dans lesquelles les cultures en rotation échantillonnées ont été entreposées, ainsi qu'à la procédure de décongélation (le cas échéant). Déterminer la stabilité des résidus de pesticide durant l'entreposage. Indiquer les dates de congélation, de décongélation et d'analyse des échantillons.

4) Décrire tout écart par rapport au protocole d'essai prévu, ainsi que ses effets sur les résultats.

B) Méthode d'analyse

1) Décrire les méthodes au complet (ou indiquer les références si ces méthodes ont déjà été présentées), en joignant les données de validation de la méthode, les données de récupération et de sensibilité de la méthode, des chromatogrammes types et des exemples de calculs. On doit décrire en détail la préparation et la manipulation des échantillons pendant tout le processus. Noter que les méthodes utilisées pour les métabolites peuvent aussi être requises.

2) Indiquer les instruments, l'équipement et les réactifs utilisés, ainsi que les conditions de fonctionnement des instruments. Si la procédure d'extraction/de purification est complexe, on doit également présenter un ordinogramme.

3) Identifier toutes les fractions végétales analysées au cours de l'étude, par exemple le grain, le fourrage, le foin et la paille dans le cas des petites céréales et les parties radicales et aériennes (feuilles) dans le cas des légumes-racines.

14.5.6 Résultats/discussion

i) Cette section doit contenir les résultats scientifiques de l'étude, par exemple:

A) Une partie narrative et des tableaux décrivant les étapes de la détermination des résidus de pesticide dans les échantillons de cultures. (On doit joindre à toutes les présentations graphiques les tableaux des valeurs qui ont servi à tracer les graphiques.)

B) Un tableau présentant les structures et les noms/désignations chimiques du composé initial et de ses métabolites.

C) Les résidus préoccupant totaux pour tous les PAB, conformément au tableau I de la section 8, *Viande/lait/volaille/oeufs*.

14.5.7 Conclusion

Joindre une discussion portant sur l'importance des résidus absorbés (le cas échéant), les intervalles auxquels on observe une absorption des résidus par les cultures en rotation (préciser dans quelles fractions des cultures et à quelles concentrations) et l'intervalle prévu où la concentration correspondra au seuil de détection pour les résidus préoccupants absorbés par les cultures en rotation.

14.5.8 Certification

Cette section doit comporter :

i) les signatures de chacun des chercheurs scientifiques principaux responsables de l'étude;

ii) une déclaration du demandeur affirmant que le rapport présenté est un exemplaire complet et non modifié du rapport fourni par le laboratoire responsable des essais.

14.5.9 Tableaux/figures

Pour la numérotation des tableaux et des figures, il est recommandé d'utiliser des chiffres arabes pour les figures et des chiffres romains pour les tableaux.

14.5.10 Références

14.5.11 Annexe(s)

On doit placer dans cette section des tirés à part des méthodes et d'autres études mentionnées, des valeurs d'analyses (données brutes), des exemplaires de lettres ou de notes de service pertinentes et d'autres documents qui ne relèvent d'aucune autre section du rapport ci-dessus et qui servent à étayer la présentation du demandeur.

14.6 Références

1. U.S. Environmental Protection Agency, *Residue Chemistry Test Guidelines*, OPPTS860. EPA Report No.7/2-C-96-169, August, 1996.

   Disponible auprès du National Technical Information Service, Springfield, VA, É.-U.

2. Directives de l'ARLA,

   Dir98-04, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'une matière active de qualité technique ou d'un produit de système intégré.*

Dir98-03, *Renseignements exigés sur les caractéristiques chimiques pour l'homologation d'un concentré de fabrication ou d'une préparation commerciale formulés à partir de matières actives de qualité technique ou de produits de système intégré homologués.*

AGENCE DE RÉGLEMENTATION DE LA LUTTE ANTIPARASITAIRE

LIGNES DIRECTRICES SUR LES RÉSIDUS CHIMIQUES

SECTION 15

GROUPES DE CULTURES

15.1 Préface

L'Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire (ARLA) est en train de réglementer la classification des cultures aux fins de la limite maximale de résidus (LMR) des pesticides. Cette réglementation devrait simplifier l'établissement des LMR ainsi que l'homologation de pesticides pour certaines cultures d'importance secondaire.

15.2 Introduction

La réglementation proposée pour la classification des cultures est semblable à celle proposée par l'EPA des États-Unis (40 CFR Part 180, [OPP-300269A; FRL-4939-9], RIN 2070-AB78). Elle vise à simplifier l'établissement de LMR pour l'ensemble d'un groupe à partir de données de résidus portant uniquement sur certaines cultures, représentatives du groupe. Les groupes peuvent être eux-mêmes divisés en sous-groupes, par regroupement de produits plus étroitement apparentés que ne le sont l'ensemble des produits du groupe « parent ». Les produits représentatifs de chaque sous-groupe forment un sous-ensemble des produits représentatifs du groupe. La présente mesure vise à améliorer l'utilisation des données de résidus actuelles et futures. Plusieurs produits divers (voir la section 15.3.3, ci-dessous) sont exclus du groupe de cultures car leur pratique culturale et les préoccupations qu'ils posent concernant les résidus se distinguent des autres produits (p. ex. le raisin frais, la banane et la fraise).

15.3 Généralités

15.3.1 Ajout de cultures

Les modifications aux tableaux de groupe ou à des parties de ceux-ci seront étudiées séparément dans chaque cas.

15.3.2 Noms communs ou régionaux des produits

De nouveaux noms communs ou régionaux seront ajoutés au besoin au point F, *Index des produits*, avec renvoi au nom utilisé pour le produit dans les tableaux de groupe. Afin d'éviter que ces tableaux ne deviennent inutilement longs, les nouveaux noms ne seront ajoutés qu'à l'index.

15.3.3 Produits divers

Les cultures suivantes ont été volontairement exclues de la classification :
asperge, avocat, banane, canneberge (atoca), figue, artichaut, raisin, houblon, kiwi, mangue, champignon, gombo (okra), papaye, asimine, arachide, kaki, ananas, fraise, châtaigne d'eau et cresson de fontaine.

i) Ajout de groupes de cultures

Toute recommandation visant à modifier un groupe ou un sous-groupe de cultures devra être accompagnée de toutes les données permettant d'en préciser le contexte

et les raisons, dont une liste des produits à ajouter (avec noms scientifiques), une liste des produits devant être considérés comme représentatifs ainsi qu'une justification de l'inclusion de chaque produit dans l'une et l'autre de ces listes. L'ARLA est disposée à évaluer les propositions de groupe ou sous-groupe, dans la mesure où elles sont soumises par des parties concernées. Elle pourra également travailler avec ces parties à déterminer quels types de renseignements et de données sont nécessaires à l'évaluation d'un nouveau groupe ou sous-groupe.

ii) Autres observations

Toute demande visant à établir la définition d'un produit peut être présentée à l'ARLA à titre de modification distincte. La demande doit préciser les raisons qui justifient le changement, inclure une comparaison des pratiques culturales (problèmes de ravageurs, calendriers d'application, utilisations en matière de consommation humaine et d'alimentation animale, répartition géographique de la production, etc.) et énumérer les produits alimentaires de transformation.

Pour le moment, l'ARLA n'a pas l'intention de fixer des LMR particulières à chaque groupe ou sous-groupe pour les résidus de pesticides présents dans les produits transformés destinés à la consommation humaine ou à l'alimentation animale, même dans les cas où le produit agricole brut (PAB) fait partie d'un groupe. En effet, en général, les produits transformés sont très différents des produits bruts dont ils sont issus, et les produits transformés provenant de divers produits bruts d'un même groupe sont également différents entre eux, notamment en ce qui concerne les résidus présents. De plus, les résidus de pesticides que renferment les produits transformés peuvent provenir de l'application directe ou indirecte de pesticides autant sur le produit déjà transformé que sur le produit brut dont il est issu. Les divers produits transformés présentent donc une variabilité excessive quant aux résidus pouvant s'y retrouver. Enfin, certains composés chimiques ont tendance à se concentrer au cours de la transformation du produit, tandis que d'autres peuvent demeurer constants ou se dissiper. Ce manque d'uniformité a pour effet de rendre difficile l'établissement de groupes renfermant plusieurs produits transformés de nature différente.

iii) Index des produits

Le tableau suivant énumère par ordre alphabétique les cultures de l'ensemble des groupes et précise dans chaque cas le numéro du groupe auquel appartient la culture.

Culture	Numéro de groupe
Abricot	12

Culture	Numéro de groupe
Absinthe	19
Adzuki (voir dolique, Vigna spp.)	6
Agrumes hybrides (Citrus spp.)	10
Ail	3
Ail chinois	19
Ail des bois (voir poireau)	3
Ail rocambole (voir rocambole)	3
Alkékenge (voir cerise de terre)	8
Amande	14
Amarante	4
Amarelle (voir cerise acide)	12
Anatto (voir rocou)	19
Aneth	19
Aneth (graines)	19
Angélique	19
Anis (graine)	19
Anis étoilé	19
Armoise absinthe (voir absinthe)	19
Arracacha	1
Arroche	4
Arrowroot (voir marante)	1
Aspérule odorante	19
Astragale (fourrage, paille, foin)	18
Aubergine	8
Aveline (voir noisette)	14
Avoine	15
Avoine (fourrage, paille)	16
Badiane (voir anis étoilé)	19
Baie de genièvre	19
Baie de sureau	13
Balsamite	19
Bardane comestible	1
Bardane comestible (feuilles)	2
Baselle	4
Basilic	19

Culture	Numéro de groupe
Bette à carde	4
Betterave à sucre (feuilles)	2
Betterave à sucre	1
Betterave fourragère	1
Betterave potagère	1
Betterave potagère (feuilles)	2
Betterave sucrière (voir betterave à sucre)	1
Bibace (voir nèfle du Japon)	11
Bigarreau (voir cerise douce)	12
Blé	15
Blé (fourrage, paille)	16
Blé d'Inde (voir maïs)	15
Bleuet	13
Bok-choy (voir chou chinois (pak-choï))	5
Bor-choï (voir moutarde épinard)	5
Bor-tsaï (voir moutarde épinard)	5
Bourrache	19
Brocofleur (voir chou-fleur)	5
Brocoli	5
Brocoli asperge (voir brocoli)	5
Brocoli de Chine	5
Brugnon (voir nectarine)	12
Cajou (voir noix de cajou)	14
Calamondin	10
Calebasse (voir gourde)	9
Camomille	19
Canna comestible	1
Cannelle	19
Cannelle de Chine (voir casse)	19
Cantaloup (voir melon véritable)	9
Câpre	19
Capucine	19
Cardamome	19
Carde (voir bette à carde)	4

Culture	Numéro de groupe
Cardon	4
Carotte	1
Carotte (feuilles)	2
Carvi	19
Casse	19
Cassis (voir gadelle et cassis)	13
Cataire	19
Catjang (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Cédrat	10
Céleri	4
Céleri (graine)	19
Céleri chinois (voir céleri petit)	4
Céleri petit	4
Céleri-rave	1
Céleri-rave (feuilles)	2
Celtuce (voir laitue asperge)	4
Cenelle	11
Cerfeuil	4
Cerfeuil (séché)	19
Cerfeuil tubéreux	1
Cerfeuil tubéreux (feuilles)	2
Cerise acide	12
Cerise de terre	8
Cerise douce	12
Châtaigne	14
Châtaigne chinquapin	14
Chayotte (fruit)	9
Chayotte (racine)	1
Chervis	1
Chicorée	1
Chicorée (feuilles)	2
Chicorée rouge (voir radicchio)	4
Chicorée scarole (voir scarole)	4
Chile (voir piment, *Capsicum* spp.)	8

Culture	Numéro de groupe
Chili (voir piment, *Capsicum* spp.)	8
Chinquapin (voir châtaigne chinquapin)	14
Chou	5
Chou brocoli	5
Chou caraïbe (voir tayove)	1
Chou cavalier	5
Chou chinois (gaï-choï)	5
Chou chinois (pak-choï)	5
Chou chinois (pé-tsaï)	5
Chou de Bruxelles	5
Chou de Siam (voir rutabaga)	1
Chou frisé	5
Chou vert frisé (voir chou frisé)	5
Chou-fleur	5
Chou-rave	5
Christophine (voir chayotte)	9
Chrysanthème à feuilles comestibles	4
Chrysanthème des jardins	4
Ciboule	3
Ciboulette	19
Ciboulette chinoise (voir ail chinois)	19
Cilantro (voir coriandre)	19
Cilantro del monte (voir culantro)	19
Citron	10
Citrouille	9
Claytone de Cuba (voir montia)	4
Clou de girofle	19
Coing	11
Concombre	9
Coriandre (feuilles et graines)	19
Coriandre épineuse (voir culantro)	19
Cornichon épineux	9
Cornille (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Coronille bigarrée (fourrage, paille, foin)	18

Culture	Numéro de groupe
Courge à cou droit (voir courge d'été)	9
Courge à cou tors (voir courge d'été)	9
Courge à moelle (voir courge d'été)	9
Courge céreuse	9
Courge d'été	9
Courge d'hiver	9
Courge hubbard (voir courge d'hiver)	9
Courge musquée (voir courge d'hiver)	9
Courge poivrée (voir courge d'hiver)	9
Courge spaghetti (voir courge d'hiver)	9
Courge torticolis (voir courge d'été)	9
Courgeron (voir courge d'hiver)	9
Courgette (voir courge d'été)	9
Cresson alénois	4
Cresson de jardin (voir cresson de terre)	4
Cresson de terre	4
Crosne du Japon	1
Culantro (feuilles)	19
Culantro (graines)	19
Cumin	19
Curcuma	1
Daikon	1
Daikon (feuilles)	2
Dolique à œil noir (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Dolique asperge (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Dolique de Chine (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Dolique d'Égypte	6
Dolique d'Égypte (feuilles)	7
Dolique mongette (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Dolique tubéreux	1
Doucette (voir mâche)	4
Dow guac (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Échalote	3
Échalote sèche (voir échalote)	3

Culture	Numéro de groupe
Épinard	4
Épinard de la Nouvelle-Zélande (voir tétragone)	4
Estragon	19
Faîne	14
Fenouil	19
Fenouil de Florence	4
Fenouil de Florence (graines)	19
Fenouil sucré (voir fenouil de Florence)	4
Fenugrec	19
Feuille de laurier (voir laurier)	19
Feuilles de colza	5
Feuilles de moutarde	5
Fève des marais (voir gourgane)	6
Fleur de cannelier	19
Framboise noire	13
Framboise rouge	13
Gadelle et cassis	13
Gaï-choï (voir chou chinois (gaï-choï))	5
Gaï-lon (voir brocoli de Chine)	5
Gaulthérie (voir thé des bois)	19
Gaylussacia	13
Genièvre (voir baie de genièvre)	19
Gingembre	1
Ginseng	1
Girofle (voir clou de girofle)	19
Gourde	9
Gourgane	6
Gourgane (feuilles)	7
Graine de lupin (voir lupin, *Lupinus* spp.)	6
Graine de moutarde	19
Graine de pavot	19
Graines de paradis (voir maniguette)	19
Graminées (vertes ou séchées)	17
Grande bardane (voir bardane comestible)	1

Culture	Numéro de groupe
Griotte (voir cerise acide)	12
Groseille	13
Guar	6
Guar (feuilles)	7
Guigne (voir cerise douce)	12
Haricot	6
Haricot (feuilles)	7
Haricot à filet (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot à œil noir (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Haricot aiguille (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot blanc (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot de Lima (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot d'Espagne (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot jaune (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot kilomètre (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Haricot mungo (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Haricot noir (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Haricot papillon (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Haricot pinto (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot rognon (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot tépary (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Haricot vert (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Hysope	19
Igname	1
Igname (feuilles)	2
Igname de Cayenne (voir igname)	1
Igname jaune (voir igname)	1
Jicama (voir igname)	1
Kudsu (fourrage, paille, foin)	18
Kumquat	10
Lablab (voir dolique d'Égypte)	6
Laitue	4
Laitue asperge	4
Laitue Boston (voir laitue)	4

Culture	Numéro de groupe
Laitue frisée (voir laitue)	4
Laitue iceberg (voir laitue)	4
Laitue pommée (voir laitue)	4
Laitue romaine (voir laitue)	4
Laurier	19
Lavande	19
Lemon-grass	19
Lentille	6
Lentille (feuilles)	7
Lespédèze (fourrage, paille, foin)	18
Lime	10
Livèche (feuilles et graines)	19
Lotier (fourrage, paille, foin)	18
Lupin	6
Lupin (feuilles)	7
Lupin (fourrage, paille, foin)	18
Lupin-grain (voir lupin)	6
Luzerne (fourrage, paille, foin)	18
Macadamia (voir noix de macadamia)	14
Mâche	4
Macis	19
Madère (voir taro)	1
Maïs	15
Maïs (fourrage)	16
Maïs à éclater	15
Maïs à éclater (fourrage)	16
Maïs sucré (voir maïs)	15
Mandarine	10
Mandarine satsuma	10
Maniguette	19
Manioc (feuilles)	2
Manioc amer	1
Manioc amer (feuilles)	2
Manioc doux	1

Culture	Numéro de groupe
Manioc doux (feuilles)	2
Marante	1
Marjolaine (voir origan, *Origanum* spp.)	19
Marron (voir châtaigne)	14
Marrube	19
Mélilot (voir trèfle et mélilot)	18
Mélilot jaune (voir trèfle et mélilot)	18
Mélisse	19
Melon à confire	9
Melon amer (voir momordique)	9
Melon brodé (voir melon véritable)	9
Melon canari (voir melon véritable)	9
Melon casaba (voir melon véritable)	9
Melon crenshaw (voir melon véritable)	9
Melon d'eau	9
Melon miel Honeydew (voir melon véritable)	9
Melon perse (voir melon véritable)	9
Melon santa claus (voir melon véritable)	9
Melon velu (voir courge céreuse)	9
Melon véritable	9
Menthe pouliot	19
Mil perlé (voir mil d'Afrique)	15
Mil du Soudan (voir mil d'Afrique)	15
Mil d'Afrique	15
Mil d'Afrique (fourrage, paille)	16
Millet commun	15
Millet commun (fourrage, paille)	16
Millet rond (voir millet commun)	15
Mizuna	5
Momordique	9
Montia	4
Moutarde (voir graine de moutarde)	19
Moutarde épinard	5
Mûre	13

Culture	Numéro de groupe
Mûre de Boysen (voir mûre)	13
Mûre de Logan	13
Murraya (feuille)	19
Muscade	19
Nappa (voir chou chinois (pé-tsaï))	5
Nashi	11
Navet (feuilles)	2
Navet (véritable)	1
Nectarine	12
Nèfle du Japon	11
Niébé (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Nigelle	19
Noix de macadamia	14
Noix de cajou	14
Noix de Pékan (voir pacane)	14
Noisette	14
Noix commune (voir noix de Grenoble)	14
Noix de caryer	14
Noix de Grenoble	14
Noix de noyer noir	14
Noix du Brésil	14
Noix du Queensland (voir noix de macadamia)	14
Noix longue	14
Oignon	3
Oignon vert (voir oignon)	3
Orange amère	10
Orange de Séville (voir orange amère)	10
Orange douce	10
Orange sanguine (voir orange douce)	10
Orge	15
Orge (fourrage, paille)	16
Origan (*Origanum* spp.)	19
Oseille	4
Pacane	14

Culture	Numéro de groupe
Pak-choï (voir chou chinois (pak-choï))	5
Pamplemousse	10
Panais	1
Panais (feuilles)	2
Panème (voir arracacha)	1
Pastèque (voir melon d'eau)	9
Pastèque de Chine (voir courge céreuse)	9
Patate (feuilles)	2
Patate (véritable)	1
Patate douce (voir patate)	1
Patate sucrée (voir patate)	1
Pâtisson (voir courge d'hiver)	9
Pavot (voir graine de pavot)	19
Pêche	12
Pepino	8
Persil	4
Persil (séché)	19
Persil à grosse racine	1
Persil chinois (voir coriandre)	19
Petit concombre antillais (voir cornichon épineux)	9
Petit haricot blanc (voir haricot, *Phaseolus* spp.)	6
Petit mil (voir mil d'Afrique)	15
Petit pois (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pé-tsaï (voir chou chinois (pé-tsaï))	5
Piment (*Capsicum* spp.)	8
Piment de la Jamaïque	19
Pissenlit	4
Poire	11
Poire asiatique (voir nashi)	11
Poire melon (voir pepino)	8
Poire merveille (voir momordique)	9
Poireau	3
Poirée (voir bette à carde)	4
Pois (feuilles)	7

Culture	Numéro de groupe
Pois (Pisum spp.)	6
Pois cajan	6
Pois cajan (feuilles)	7
Pois chiche	6
Pois chiche (feuilles)	7
Pois de grande culture (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois du Congo (voir pois cajan)	6
Pois en cosse (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois fourrager (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois gourmand (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois mange-tout (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois mascate (fourrage, paille, foin)	18
Pois nain (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois potager (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois sabre	6
Pois sabre (feuilles)	7
Pois sec (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois Sugar Snap (voir pois, *Pisum* spp.)	6
Pois zombi (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Pois-manioc (voir dolique tubéreux)	1
Pois-patate (voir dolique tubéreux)	1
Poivre blanc	19
Poivre noir	19
Poivron (voir piment, *Capsicum* spp.)	8
Pomélo	10
Pomme	11
Pomme de terre	1
Pomme merveille (voir momordique)	9
Pommette	11
Pop-corn (voir maïs à éclater)	15
Potiron (voir citrouille)	9
Pouliot (voir menthe pouliot)	19
Pourpier	4
Prune	12

Culture	Numéro de groupe
Prune à pruneau	12
Prune chickasaw	12
Prune de l'Islet (voir prune Saint-Julien)	12
Prune d'Asie	12
Prune Saint-Julien	12
Prune-abricot	12
Pueraria (voir kudsu)	18
Radicchio	4
Radis	1
Radis (feuilles)	2
Radis japonais (voir daikon)	1
Raifort	1
Rappini	5
Recaito (voir culantro)	19
Recao (voir culantro)	19
Reine des bois (voir aspérule odorante)	19
Rhubarbe	4
Riz	15
Riz (fourrage, paille)	16
Riz sauvage	15
Riz sauvage (fourrage, paille)	16
Rocou	19
Romarin	19
Roquette	4
Rue	19
Rutabaga	1
Rutabaga (feuilles)	2
Safran	19
Sainfoin (fourrage, paille, foin)	18
Salsifis	1
Salsifis blanc (voir salsifis)	1
Salsifis noir (voir scorsonère)	1
Sanguisorbe	19
Saonjo (voir taro)	1

Culture	Numéro de groupe
Sarrasin	15
Sarrasin (fourrage, paille)	16
Sarriette des jardins	19
Sarriette des montagnes	19
Satsuma (voir mandarine satsuma)	10
Sauge	19
Sauge sclarée (voir sclarée)	19
Scarole	4
Sclarée	19
Scolyme d'Espagne	1
Scorsonère	1
Scorsonère (feuilles)	2
Seigle	15
Seigle (fourrage, paille)	16
Soja	6
Soja (feuilles)	7
Soja (graines immatures) (à gousse comestible)	6
Sorgho	15
Sorgho (fourrage, paille)	16
Souchet comestible	1
Souci	19
Soya (voir soja)	6
Spaghetti végétal (voir courge d'hiver)	9
Sureau (voir baie de sureau)	13
Tanaisie	19
Tangelo (voir agrumes hybrides)	10
Tangerine (voir mandarine)	10
Tangor (voir agrumes hybrides)	10
Taro	1
Taro (feuilles)	2
Tayove	1
Tayove (feuilles)	2
Téosinte	15
Téosinte (fourrage, paille)	16

Culture	Numéro de groupe
Tétragone	4
Thé des bois	19
Thym	19
Tomate	8
Tomatille	8
Topinambour	1
Topitambour blanc	1
Tous-les-mois (voir canna comestible)	1
Toute-bonne (voir sclarée)	19
Trèfle et mélilot (fourrage, paille, foin)	18
Trèfle du Japon (voir lespédèze)	18
Trèfle d'odeur (voir trèfle et mélilot)	18
Triticale	15
Triticale (fourrage, paille)	16
Urd (voir dolique, *Vigna* spp.)	6
Vanille	19
Vesce (fourrage, paille, foin)	18
Vesce commune (voir vesce)	18
Yautia (voir tayove)	1
Zucchini (voir courge d'été)	9

15.4 Limites maximales de résidus (LMR) pour les groupes de cultures

a) Les LMR de groupe ou de sous-groupe peuvent être fixées :

a.1) à la demande d'une personne ayant demandé l'homologation d'un pesticide en vertu de la *Loi sur les produits antiparasitaires;*

a.2) de la propre initiative de l'ARLA.

b) Lors de l'établissement des LMR, les tableaux de groupe doivent être utilisés de pair avec la présente section. Chaque tableau de groupe énumère une série de produits agricoles bruts considérés comme apparentés aux fins de la présente section.

c) Lorsqu'une LMR est fixée ou proposée pour chacun des produits représentatifs d'un groupe ou d'un sous-groupe, une LMR peut aussi être fixée pour l'ensemble

des produits de ce groupe ou sous-groupe. Une LMR peut ainsi s'appliquer à tout un groupe ou à un ou plusieurs de ses sous-groupes.

d) Les cultures représentatives servent à préciser le minimum de données de résidus exigées, pour que l'Agence puisse fixer une LMR pour le groupe. L'Agence peut cependant permettre l'établissement d'une telle LMR lorsque les données disponibles portent sur des substituts acceptables des cultures représentatives (par exemple, la betterave potagère au lieu de la betterave à sucre).

e) Comme les LMR de groupe ou de sous-groupe traduisent les quantités maximales de résidus qu'on peut s'attendre à trouver dans chacune des cultures du groupe ou sous-groupe, le régime d'utilisation prévu ou déjà homologué du pesticide doit être semblable pour toutes ces cultures avant qu'une telle LMR puisse être fixée. Ce régime d'utilisation comprend la quantité appliquée, le nombre d'applications, la date de la première application, l'intervalle entre les applications et l'intervalle entre la dernière application et la récolte. Il pourra également comprendre le mode d'application : application au sol ou aux feuilles, application aérienne ou à partir du sol, etc.

f) Avant de fixer une LMR pour l'ensemble d'un groupe ou sous-groupe renfermant des produits ou sous-produits qui servent à l'alimentation animale, il faudra d'abord fixer les LMR (et les exemptions à l'égard de celles-ci) s'appliquant à la viande, au lait, à la volaille et (ou) aux œufs. Les cultures représentatives comprennent toutes les cultures du groupe dont la transformation risque d'entraîner une concentration des résidus dans les produits servant à la consommation humaine et (ou) à l'alimentation animale. L'établissement d'une LMR pour le groupe exige donc au préalable des données sur la transformation des produits, et on ne fixera pas de LMR d'additif alimentaire à l'échelle des groupes.

g) Si la quantité maximale de résidus s'appliquant aux cultures représentatives s'écarte par un facteur de 5 ou davantage de la quantité maximale observée pour l'une ou l'autre des cultures du groupe, on ne fixera généralement pas de LMR pour le groupe ou le sous-groupe. En pareil cas, on fixera plutôt une LMR individuelle pour chacune des cultures du groupe ou sous-groupe.

h) De même, lorsque la quantité de résidus présente chez un produit est significativement supérieure ou inférieure à celle observée chez les autres produits du même groupe, ce produit peut être exclus de la LMR s'appliquant à l'ensemble du groupe. (On pourra par exemple fixer une LMR pour « les céréales, sauf le maïs ».) En pareil cas, il faudra aussi fixer, s'il y a lieu, une LMR individuelle pour le produit faisant l'objet d'une exception. On ne peut cependant pas utiliser cette méthode pour les LMR de sous-groupe. En effet, comme la plupart des sous-groupes ne comportent que deux produits représentatifs, l'exclusion d'un de ceux-ci et des données de résidus connexes ne laisserait sans doute pas suffisamment

d'information pour appuyer le reste du sous-groupe. Dans le cas des pesticides systémiques, il faudra parfois obtenir en outre des données de résidus sur des cultures autres que les cultures représentatives.

i) La liste des produits formant chaque groupe sera mise à jour périodiquement, de la propre initiative de l'Agence ou à la demande d'une partie.

15.5 Tableaux des groupes de cultures

i) Les tableaux de la présente section doivent être utilisés de pair avec les règles de la section précédente, sur l'établissement des LMR de groupe.

ii) Les produits non énumérés dans ces tableaux sont considérés comme ne faisant partie d'aucun groupe aux fins du présent alinéa et doivent faire l'objet de LMR individuelles. Divers produits ont ainsi été délibérément exclus de la classification : l'asperge, l'avocat, la banane, la canneberge (atoca), la figue, l'artichaut, le raisin, le houblon, le kiwi, la mangue, le champignon, le gombo (okra), la papaye, l'asimine, l'arachide, le kaki, l'ananas, la fraise, la châtaigne d'eau et le cresson de fontaine.

iii) Dans la présente section, le nom de chaque groupe est suivi d'une liste des produits représentatifs, puis d'une liste de tous les produits. Si le groupe comprend des sous-groupes, ceux-ci sont traités de la même manière : nom, produits représentatifs, produits individuels. Ces sous-groupes, qui constituent des sous-ensembles des groupes, ont été établis au sein de plusieurs groupes, mais non de tous.

(1) Groupe 1 : Légumes-racines et légumes-tubercules

(I) Produits représentatifs : Carotte; pomme de terre; radis; betterave à sucre.

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 1 ainsi que les sous-groupes auxquels chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 1 : Légumes-racines et légumes-tubercules

Produits	Sous-groupes
Arracacha (*Arracacia xanthorrhiza*)	1-C, 1-D
Bardane comestible (*Arctium lappa*)	1-A, 1-B
Betterave à sucre (*Beta vulgaris*)	1-A
Betterave potagère (*Beta vulgaris*)	1-A, 1-B
Canna comestible (*Canna indica*)	1-C, 1-D
Carotte (*Daucus carota*)	1-A, 1-B
Céleri-rave (*Apium graveolens* var. *rapaceum*)	1-A, 1-B

Tableau 1 – Groupe 1 : Légumes-racines et légumes-tubercules

Produits	Sous-groupes
Cerfeuil tubéreux (*Chaerophyllum bulbosum*)	1-A, 1-B
Chayotte (racine) (*Sechium edule*)	1-C, 1-D
Chervis (*Sium sisarum*)	1-A, 1-B
Chicorée (*Cichorium intybus*)	1-A, 1-B
Crosne du Japon (*Stachys affinis*)	1-C, 1-D
Curcuma (*Curcuma longa*)	1-C, 1-D
Daikon (*Raphanus sativus* subvar. *longipinnatus*)	1-A, 1-B
Dolique tubéreux (*Pachyrhizus* spp.)	1-C, 1-D
Gingembre (*Zingiber officinale*)	1-C, 1-D
Ginseng (*Panax quinquefolius*)	1-A, 1-B
Igname (*Dioscorea* spp.)	1-C, 1-D
Manioc (amer et doux) (*Manihot esculenta*)	1-C, 1-D
Marante (*Maranta arundinacea*)	1-C, 1-D
Navet (véritable) (*Brassica rapa* var. *rapa*)	1-A, 1-B
Panais (*Pastinaca sativa*)	1-A, 1-B
Patate (véritable) (*Ipomoea batatas*)	1-C, 1-D
Persil à grosse racine (*Petroselinum crispum* var. *tuberosum*)	1-A, 1-B
Pomme de terre (*Solanum tuberosum*)	1-C
Radis (*Raphanus sativus*)	1-A, 1-B
Raifort (*Armoracia rusticana*)	1-A, 1-B
Rutabaga (*Brassica campestris* var. *napobrassica*)	1-A, 1-B
Salsifis (*Tragopogon porrifolius*)	1-A, 1-B
Scolyme d'Espagne (*Scolymus hispanicus*)	1-A, 1-B
Scorsonère (*Scorzonera hispanica*)	1-A, 1-B
Souchet comestible (*Cyperus esculentus*)	1-C, 1-D
Taro (*Colocasia esculenta*)	1-C, 1-D
Tayove (*Xanthosoma sagittifolium*)	1-C, 1-D
Topinambour (*Helianthus tuberosus*)	1-C, 1-D
Topitambour blanc (*Calathea allouia*)	1-C, 1-D

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 1 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 1

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 1-A : Légumes-racines Carotte, radis et betterave à sucre	Bardane comestible; betterave à sucre; betterave potagère; carotte; céleri-rave; cerfeuil tubéreux; chervis; chicorée; daikon; ginseng; navet; panais; persil à grosse racine; radis; raifort; rutabaga; salsifis; scorsonère.
Sous-groupe 1-B : Légumes-racines sauf la betterave à sucre Carotte et radis	Bardane comestible; betterave potagère; carotte; céleri-rave; cerfeuil tubéreux; chervis; chicorée; daikon; ginseng; navet; panais; persil à grosse racine; radis; raifort; rutabaga; salsifis; scorsonère.
Sous-groupe 1-C : Légumes-tubercules et légumes-cormes Pomme de terre	Arracacha; canna comestible; chayotte (racine); crosne du Japon; curcuma; dolique tubéreux; gingembre; igname; manioc (amer et doux); marante; patate; pomme de terre; souchet comestible; taro; tayove; topinambour; topitambour blanc.
Sous-groupe 1-D : Légumes-tubercules et légumes-cormes, sauf la pomme de terre Patate	Arracacha; canna comestible; chayotte (racine); crosne du Japon; curcuma; dolique tubéreux; gingembre; igname; manioc (amer et doux); marante; patate; souchet comestible; taro; tayove; topinambour; topitambour blanc.

(2) Groupe 2 : Feuilles de légumes-racines et de légumes-tubercules (consommation humaine ou alimentation animale)

(I) Produits représentatifs : Navet; betterave potagère ou betterave à sucre.

ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 2.

Groupe 2 : Feuilles de légumes-racines et de légumes-tubercules (consommation humaine ou alimentation animale)
Produits
Bardane comestible (*Arctium lappa*)
Betterave à sucre (*Beta vulgaris*)
Betterave potagère (*Beta vulgaris*)
Carotte (*Daucus carota*)
Céleri-rave (*Apium graveolens* var. *rapaceum*)
Cerfeuil tubéreux (*Chaerophyllum bulbosum*)
Chicorée (*Cichorium intybus*)
Daikon (*Raphanus sativus* subvar. *longipinnatus*)
Igname (*Dioscorea* spp.)
Manioc (amer et doux) (*Manihot esculenta*)
Navet (*Brassica rapa* var. *rapa*)
Panais (*Pastinaca sativa*)
Patate (*Ipomoea batatas*)
Radis (*Raphanus sativus*)
Rutabaga (*Brassica campestris* var. *napobrassica*)
Scorsonère (*Scorzonera hispanica*)
Taro (*Colocasia esculenta*)
Tayove (*Xanthosoma sagittifolium*)

(3) Groupe 3 : Légumes-bulbes (*Allium* spp.)

(I) Produits représentatifs : Oignon vert; oignon.

ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 3.

Groupe 3 : Légumes-bulbes (*Allium* spp.)
Produits
Ail (*Allium sativum*)
Rocambole (*Allium ampeloprasum* var. *ampeloprasum*)
Poireau (y compris l'ail des bois) (*Allium ampeloprasum, A. porrum, A. tricoccum*)
Oignon (vert et ordinaire) (*Allium cepa, A. fistulosum*)
Ciboule (*Allium fistulosum*)
Échalote (*Allium cepa* var. *cepa*)

(4) Groupe 4 : Légumes-feuilles (sauf ceux du genre Brassica)

(I) Produits représentatifs : Céleri; laitue pommée; laitue frisée; épinard (*Spinacia oleracea*).

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 4 et précise le sous-groupe auquel chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 4 : Légumes-feuilles (sauf ceux du genre *Brassica*)

Produits	Sous-groupe
Amarante (*Amaranthus* spp.)	4-A
Arroche (*Atriplex hortensis*)	4-A
Cardon (*Cynara cardunculus*)	4-B
Céleri (*Apium graveolens* var. *dulce*)	4-B
Céleri petit (*Apium graveolens* var. *secalinum*)	4-B
Cerfeuil (*Anthriscus cerefolium*)	4-A
Chrysanthème à feuilles comestibles (*Chrysanthemum coronarium* var. *coronarium*)	4-A
Chrysanthème des jardins (*Chrysanthemum coronarium* var. *spatiosum*)	4-A
Cresson alénois (*Lepidium sativum*)	4-A
Cresson de terre (cresson de jardin) (*Barbarea vulgaris*)	4-A
Fenouil de Florence (*Foeniculum vulgare* groupe *azoricum*)	4-B
Laitue, pommée et frisée (*Lactuca sativa*)	4-A
Laitue asperge (*Lactuca sativa* var. *angustana*)	4-B
Mâche (*Valerianella locusta*)	4-A
Oseille (*Rumex* spp.)	4-A
Persil (*Petroselinum crispum*)	4-A
Pissenlit (*Taraxacum officinale*)	4-A
Pourpier (*Portulaca oleracea*)	4-A
Roquette (*Eruca sativa*)	4-A
Scarole (*Cichorium endivia*)	4-A
Montia (*Montia perfoliata*)	4-A
Radicchio (*Cichorium intybus*)	4-A
Rhubarbe (*Rheum rhabarbarum*)	4-B
Épinard (*Spinacia oleracea*)	4-A
Tétragone (*Tetragonia tetragonioides, T. expansa*)	4-A
Baselle (*Basella alba*)	4-A
Bette à carde (*Beta vulgaris* var. *cicla*)	4-B

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 4 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 4

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 4-A : Légumes-feuilles véritables Laitue pommée, laitue frisée et épinard (*Spinacia oleracea*)	Amarante; arroche; baselle; cerfeuil; chrysanthème à feuilles comestibles; chrysanthème des jardins; cresson alénois; cresson de terre; épinard; laitue; mâche; montia; oseille; persil; pissenlit; pourpier; radicchio; roquette; scarole; tétragone.
Sous-groupe 4-B : Légumes-pétioles Céleri	Bette à carde; cardon; céleri; céleri petit; fenouil de Florence; laitue asperge; rhubarbe.

(5) Groupe 5 : Légumes-feuilles du genre *Brassica*

(I) Produits représentatifs : Brocoli ou chou-fleur; chou; feuilles de moutarde.

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 5 et précise le sous-groupe auquel chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 5 : Légumes-feuilles du genre *Brassica*

Produits	Sous-groupe
Brocoli (*Brassica oleracea* var. *botrytis*)	5-A
Brocoli de Chine (gaï-lon) (*Brassica alboglabra*)	5-A
Chou brocoli (*Brassica oleracea* var. *botrytis*)	5-A
Chou cavalier (*Brassica oleracea* var. *acephala*)	5-B
Chou chinois (gaï-choï) (*Brassica campestris*)	5-A
Chou chinois (pé-tsaï) (*Brassica pekinensis*)	5-A
Chou chinois (pak-choï) (*Brassica chinensis*)	5-B
Chou de Bruxelles (*Brassica oleracea* var. *gemmifera*)	5-A
Chou frisé (*Brassica oleracea* var. *acephala*)	5-B
Chou pommé (*Brassica oleracea*)	5-A
Chou-fleur (*Brassica oleracea* var. *botrytis*)	5-A
Chou-rave (*Brassica oleracea* var. *gongyloides*)	5-A
Feuilles de colza (*Brassica napus*)	5-B
Feuilles de moutarde (*Brassica juncea*)	5-B
Mizuna (*Brassica rapa* groupe *japonica*)	5-B
Moutarde épinard (*Brassica rapa* groupe *perviridis*)	5-B
Rappini (*Brassica campestris*)	5-B

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 5 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 5

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 5-A : Tiges et feuilles pommées de *Brassica* Brocoli ou chou-fleur; chou.	Brocoli; brocoli de Chine; chou brocoli; chou chinois (gaï-choï); chou chinois (pé-tsaï); chou de Bruxelles; chou-fleur; chou pommé; chou-rave.
Sous-groupe 5-B : Feuilles libres de *Brassica* Feuilles de moutarde	Chou cavalier; chou chinois (pak-choï); chou frisé; feuilles de colza; feuilles de moutarde; mizuna; moutarde épinard; rappini.

(6) Groupe 6 : Graines vertes ou sèches de légumineuses

(I) Produits représentatifs : Tout cultivar à graines récoltées sèches de haricot (*Phaseolus* spp.); tout cultivar à graines récoltées vertes de haricot (*Phaseolus* spp.); tout cultivar à graines récoltées sèches de pois (*Pisum* spp.); tout cultivar à graines récoltées vertes de pois (*Pisum* spp.); soja.

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 6 ainsi que les sous-groupes auxquels chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 6 : Graines vertes ou sèches de légumineuses

Produits	Sous-groupes
Dolique (*Vigna* spp.) (y compris l'adzuki, le dolique asperge, le dolique à œil noir, le dolique mongette, le haricot papillon, le haricot mungo, le pois zombi et le haricot noir)	6-A, 6-B, 6-C
Dolique d'Égypte (*Lablab purpureus*)	6-C
Gourgane (fève des marais) (*Vicia faba*)	6-B, 6-C
Guar (*Cyamopsis tetragonoloba*)	6-C
Haricot (*Phaseolus* spp.) (y compris le haricot de grande culture, le haricot rognon, le petit haricot blanc, le haricot de Lima, le haricot pinto, le haricot d'Espagne, le haricot vert, le haricot tépary et le haricot jaune)	6-A, 6-B, 6-C
Lentille (*Lens esculenta*)	6-C
Lupin (*Lupinus* spp.) (y compris le lupin-grain, le lupin doux, le lupin blanc et le lupin blanc doux)	6-C
Pois (*Pisum* spp.) (y compris le pois nain, le pois mange-tout, le petit pois, le pois sec, le pois Sugar Snap, le pois en cosse, le pois de grande culture et le pois potager)	6-A, 6-B, 6-C

Tableau 1 – Groupe 6 : Graines vertes ou sèches de légumineuses

Produits	Sous-groupes
Pois cajan (*Cajanus cajan*)	6-A, 6-B, 6-C
Pois chiche (*Cicer arietinum*)	6-C
Pois sabre (*Canavalia ensiformis, C. gladiata*)	6-A
Soja (*Glycine max*)	(aucun)
Soja (graines immatures) (*Glycine max*)	6-A

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 6 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 6

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 6-A : Légumineuses à cosse comestible Tout cultivar de haricot (*Phaseolus* sp.) à cosse comestible; tout cultivar de pois (*Pisum* sp.) à cosse comestible.	Haricot (*Phaseolus* spp. : haricot d'Espagne, haricot vert et haricot jaune); dolique (*Vigna* spp. : dolique asperge et haricot papillon); pois sabre; pois (*Pisum* spp. : pois nain, pois mange-tout et pois Sugar Snap); pois cajan; soja (graines immatures).
Sous-groupe 6-B : Légumineuses à graines consommées vertes sans cosse Tout cultivar de haricot (*Phaseolus* sp.) à graines consommées vertes sans cosse; tout cultivar de pois (*Pisum* sp.) à graines consommées vertes sans cosse.	Dolique (*Vigna* spp. : dolique à œil noir); gourgane (graine verte); haricot (*Phaseolus* spp. : graine verte de haricot de Lima); pois (*Pisum* spp. : petit pois et pois potager); pois cajan.
Sous-groupe 6-C : Graines sèches de légumineuses (sauf le soja) Tout cultivar à graines récoltées sèches de haricot (*Phaseolus* sp.); tout cultivar à graines récoltées sèches de pois (*Pisum* sp.).	Cultivars à graines récoltées sèches de : dolique (*Vigna* spp. : adzuki, dolique à œil noir, dolique mongette, haricot papillon, haricot mungo et haricot noir); dolique d'Égypte; gourgane (sèche); guar; haricot (*Phaseolus* spp. : haricot de grande culture, haricot rognon, haricot de Lima (sec), haricot blanc, haricot pinto et haricot tépary); lentille; lupin (*Lupinus* spp. : lupin-grain, lupin blanc, lupin doux et lupin blanc doux); pois (*Pisum* spp. : pois de grande culture); pois cajan; pois chiche.

(7) Groupe 7 : Feuilles de légumineuses

(I) Produits représentatifs : Tout cultivar de haricot (*Phaseolus* spp.); pois de grande culture (*Pisum* spp.); soja.

Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 7.

Tableau 1 – Groupe 7 : Feuilles de légumineuses

Produits représentatifs	Produits
Tout cultivar de haricot (*Phaseolus* spp.); pois de grande culture (*Pisum* spp.); soja (*Glycine max*).	Parties de toute légumineuse du groupe 6 utilisées pour l'alimentation animale.

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 7 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupe du groupe 7

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 7-A : Feuilles de légumineuses autres que le soja Tout cultivar de haricot (*Phaseolus* spp.); pois de grande culture (*Pisum* spp.).	Parties de toute légumineuse du groupe 6 (sauf le soja) utilisées pour l'alimentation animale.

(8) Groupe 8 : Légumes-fruits autres que les cucurbitacées

(I) Produits représentatifs : Tomate; poivron; tout cultivar de piment autre que le poivron.

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 8.

Groupe 8 : Légumes-fruits autres que les cucurbitacées

Produits
Aubergine (*Solanum melongena*)
Cerise de terre (*Physalis* spp.)
Pepino (*Solanum muricatum*)
Piment (*Capsicum* spp.) (y compris le poivron et le chile)
Tomatille (*Physalis ixocarpa*)
Tomate (*Lycopersicon esculentum*)

(9) Groupe 9 : Cucurbitacées

(I) Produits représentatifs : Concombre; melon véritable; courge d'été.

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 9 et précise le sous-groupe auquel chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 9 : Cucurbitacées

Produits	Sous-groupe
Chayotte (fruit) (*Sechium edule*)	9-B
Citrouille (*Cucurbita* spp.)	9-B
Concombre (*Cucumis sativus*)	9-B
Cornichon épineux (*Cucumis anguria*)	9-B
Courge céreuse (*Benincasa hispida*)	9-B
Courge d'été (*Cucurbita pepo* var. *melopepo*, y compris la courge à cou tors, le pâtisson, la courge à cou droit, la courge à moelle et la courgette)	9-B
Courge d'hiver (*Cucurbita maxima* et *C. moschata*, incluant la courge musquée et la courge hubbard, ainsi que *C. mixta* et *C. pepo*, incluant la courge poivrée et la courge spaghetti)	9-B
Gourde ou calebasse (*Lagenaria* spp.)	9-B
Louffa (*Luffa acutangula* et *L. cylindrica*, y compris la papengaye et la courge-torchon)	9-B
Melon à confire (*Citrullus lanatus* var. *citroides*)	9-A
Melon d'eau ou pastèque (hybrides et/ou variétés de *Citrullus lanatus*)	9-A
Melon véritable (hybrides et/ou cultivars de *Cucumis melo*, y compris le cantaloup, le casaba, le crenshaw, le melon miel Honeydew, le melon brodé, le persan, le santa claus, etc.)	9-A
Momordique (*Momordica* spp., y compris la pomme merveille et la poire merveille ou melon amer)	9-B

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 9 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 9

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 9-A : Melons Cantaloup	Melon à confire; melon d'eau; melon véritable.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 9

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 9-B : Courges et concombres Tout cultivar de courge d'été; concombre.	Chayotte (fruit); citrouille; concombre; cornichon épineux; courge céreuse; courge d'été; courge d'hiver; gourde; louffa; momordique.

(10) Groupe 10 : Agrumes (*Citrus* spp. Et *Fortunella* spp.)

(I) Produits représentatifs : Orange douce; citron; pamplemousse.

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 10.

Groupe 10 : Agrumes (*Citrus* spp. et *Fortunella* spp.)

Produits
Agrumes hybrides (*Citrus* spp., y compris le tangelo et le tangor)
Calamondin (*Citrus mitis* X *Citrofortunella mitis*)
Cédrat (*Citrus medica*)
Citron (*Citrus jambhiri, Citrus limon*)
Kumquat (*Fortunella* spp.)
Lime (*Citrus aurantiifolia*)
Mandarine (*Citrus reticulata*, y compris la tangerine)
Mandarine satsuma (*Citrus unshiu*)
Orange amère (*Citrus aurantium*)
Orange douce (*Citrus sinensis*)
Pamplemousse (*Citrus paradisi*)
Pomélo (*Citrus grandis, Citrus maxima*)

(11) Groupe 11 : Fruits à pépins

(I) Produits représentatifs : Pomme; poire.

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 11.

Groupe 11 : Fruits à pépins

Produits
Pomme (*Malus domestica*)
Pommette (*Malus* spp.)
Nèfle du Japon (*Eriobotrya japonica*)
Cenelle (*Crataegus aestivalis, C. opaca* et *C. rufula*)
Poire (*Pyrus communis*)
Nashi (*Pyrus pyrifolia*)
Coing (*Cydonia oblonga*)

(12) Groupe 12 : Fruits à noyau

(I) Produits représentatifs : Cerise douce ou acide; pêche; prune ou prune à pruneaux (*Prunus domestica, Prunus* spp.).

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 12.

Groupe 12 : Fruits à noyau

Produits
Abricot (*Prunus armeniaca*)
Cerise douce (*Prunus avium*)
Cerise acide (*Prunus cerasus*)
Nectarine (*Prunus persica*)
Pêche (*Prunus persica*)
Prune (*Prunus domestica, Prunus* spp.)
Prune chickasaw (*Prunus angustifolia*)
Prune Saint-Julien (*Prunus domestica* spp. *insititia*)
Prune d'Asie (*Prunus salicina*)
Prune-abricot (*Prunus armeniaca* X *P. domestica*)
Prune à pruneaux (*Prunus domestica, Prunus* spp.)

(13) Groupe 13 : Petits fruits

(I) Produits représentatifs : Toute mûre (*Rubus eubatus*) ou framboise; bleuet (*Vaccinium* spp.).

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 13 et précise le sous-groupe auquel chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 13 : Petits fruits

Produits	Sous-groupe
Baie de sureau (*Sambucus* spp.)	13-B
Bleuet (*Vaccinium* spp.)	13-B
Framboise, noire et rouge (*Rubus occidentalis, R. strigosus* et *R. idaeus*)	13-A
Gadelle et cassis (*Ribes* spp.)	13-B
Gaylussacia (*Gaylussacia* spp.)	13-B
Groseille (*Ribes* spp.)	13-B

Tableau 1 – Groupe 13 : Petits fruits

Produits	Sous-groupe
Mûre (*Rubus eubatus*, incluant de nombreux hybrides et variétés connus en anglais SOUS des noms tels que *bingleberry, black satin berry, boysenberry, Cherokee blackberry, Chesterberry, Cheyenne blackberry, coryberry, darrowberry, dewberry, Dirksen thornless berry, Himalayaberry, hullberry, Lavacaberry, lowberry, Lucretiaberry, mammoth blackberry, marionberry, nectarberry, olallieberry, Oregon evergreen berry, phenomenalberry, rangeberry, ravenberry, rossberry, Shawnee blackberry* et *youngberry*)	13-A
Mûre de Logan (*Rubus loganobaccus*)	13-A

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 13 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 13

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 13-A : Mûres et framboises Tout cultivar de mûre ou de framboise	Framboise, rouge et noire; mûre; mûre de Logan; cultivars et/ou hybrides de ces végétaux.
Sous-groupe 13-B : Petits fruits des genres *Ribes, Sambucus* et *Vaccinium* Gros bleuet (*Vaccinium corymbosum*)	Baie de sureau; bleuet, gros et petit; gadelle et cassis; gaylussacia; groseille.

(14) Groupe 14 : Noix (au sens large, arachides exclues)

(I) Produits représentatifs : Amande; pacane.

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 14.

Groupe 14 : Noix (au sens large, arachides exclues)
Produits
Amande (*Prunus dulcis*)
Faîne (*Fagus* spp.)
Noix du Brésil (*Bertholletia excelsa*)
Noix longue (*Juglans cinerea*)
Noix de cajou (*Anacardium occidentale*)
Châtaigne (*Castanea* spp.)
Châtaigne chinquapin (*Castanea pumila*)
Noisette (y compris l'aveline) (*Corylus* spp.)
Noix de caryer (*Carya* spp.)
Noix de macadamia (*Macadamia* spp.)
Pacane (*Carya illinoensis*)
Noix de Grenoble et noix de noyer noir (*Juglans* spp.)

(15) Groupe 15 : Céréales

(I) Produits représentatifs : Maïs sucré frais; maïs-grain séché; orge; blé.

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 15.

Groupe 15 : Céréales
Produits
Avoine (*Avena* spp.)
Blé (*Triticum* spp.)
Maïs (*Zea mays*)
Maïs à éclater (*Zea mays* var. *everta*)
Mil d'Afrique (*Pennisetum glaucum*)
Millet commun (*Panicum milliaceum*)
Orge (*Hordeum* spp.)
Riz (*Oryza sativa*)
Riz sauvage (*Zizania aquatica*)
Sarrasin (*Fagopyrum esculentum*)
Seigle (*Secale cereale*)
Sorgho (*Sorghum* spp.)
Téosinte (*Euchlaena mexicana*)
Triticale (hybrides *Triticum-Secale*)

(16) Groupe 16 : Fourrage et paille de céréales

(I) Produits représentatifs : Maïs; blé; toute autre culture céréalière.

(ii) Les produits du groupe 16 comprennent le fourrage (vert ou sec) et la paille de toutes les cultures du groupe 15.

(17) Groupe 17 : Fourrage et foin de graminées

(I) Produits représentatifs : Chiendent pied-de-poule (*Cynodon dactylon)*; pâturin; brome ou fétuque.

(ii) Les produits du groupe 17 comprennent : toute graminée (sauf la canne à sucre et les céréales du groupe 15) à l'état vert ou séché, servie au bétail ou broutée par celui-ci; toute graminée de pâturage ou de parcours; toute graminée cultivée pour le foin ou l'ensilage.

(18) Groupe 18 : Fourrage, paille et foin de plantes autres que les graminées

(I) Produits représentatifs : Luzerne; trèfle (*Trifolium* spp.).

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 18.

Groupe 18 : Fourrage, paille et foin de plantes autres que les graminées

Produits
Luzerne (*Medicago sativa* subsp. *sativa*)
Pois mascate (*Mucuna pruriens* var. *utilis*)
Trèfle et mélilot (*Trifolium* spp., *Melilotus* spp.)
Kudsu (*Pueraria lobata*)
Lespédèze (*Lespedeza* spp.)
Lupin (*Lupinus* spp.)
Sainfoin (*Onobrychis viciifolia*);
Lotier (*Lotus* spp.)
Vesce (*Vicia* spp.)
Coronille bigarrée (*Coronilla varia*)
Astragale (*Astragalus* spp).

(19) Groupe 19 : Épices et fines herbes

(I) Produits représentatifs : Basilic (frais et séché); poivre noir; ciboulette; graine de céleri ou d'aneth.

Le tableau 1 énumère tous les produits du groupe 19 et précise le sous-groupe auquel chacun appartient.

Tableau 1 – Groupe 19 : Épices et fines herbes

Produits	Sous-groupes
Absinthe (*Artemisia absinthium*)	19-A
Ail chinois (*Allium tuberosum*)	19-A

Tableau 1 – Groupe 19 : Épices et fines herbes

Produits	Sous-groupes
Aneth (feuille) (*Anethum graveolens*)	19-A
Aneth (graine) (*Anethum graveolens*)	19-B
Angélique (*Angelica archangelica*)	19-A
Anis (graine) (*Pimpinella anisum*)	19-B
Anis étoilé (*Illicium verum*)	19-B
Aspérule odorante (*Galium odorata*)	19-A
Baie de genièvre (*Juniperus communis*)	19-B
Balsamite (*Chrysanthemum balsamita*)	19-A
Basilic (*Ocimum basilicum*)	19-A
Bourrache (*Borago officinalis*)	19-A
Camomille (*Anthemis nobilis*)	19-A
Cannelle (*Cinnamomum verum*)	19-B
Câpre (*Capparis spinosa*)	19-B
Capucine (*Tropaeolum majus*)	19-A
Cardamome (*Elettaria cardamomum*)	19-B
Carvi (*Carum carvi*)	19-B
Casse (*Cinnamomum aromaticum*)	19-B
Cataire (*Nepeta cataria*)	19-A
Céleri (graine) (*Apium graveolens*)	19-B
Cerfeuil (séché) (*Anthriscus cerefolium*)	19-A
Ciboulette (*Allium schoenoprasum*)	19-A
Clou de girofle (*Eugenia caryophyllata*)	19-B
Coriandre (feuille) (*Coriandrum sativum*)	19-A
Coriandre (graine) (*Coriandrum sativum*)	19-B
Culantro (feuille) (*Eryngium foetidum*)	19-A
Culantro (graine) (*Eryngium foetidum*)	19-B
Cumin (*Cuminum cyminum*)	19-B
Estragon (*Artemisia dracunculus*)	19-A
Fenouil (*Foeniculum vulgare*)	19-B
Fenouil de Florence (graine) (Foeniculum vulgare groupe *azoricum*)	19-B
Fenugrec (*Trigonella foenumgraecum*)	19-B
Fleur de cannelier (*Cinnamomum aromaticum*)	19-B
Hysope (*Hyssopus officinalis*)	19-A

Tableau 1 – Groupe 19 : Épices et fines herbes

Produits	Sous-groupes
Laurier (feuille) (*Laurus nobilis*)	19-A
Lavande (*Lavandula officinalis*)	19-A
Lemon-grass (*Cymbopogon citratus*)	19-A
Livèche (feuille) (*Levisticum officinale*)	19-A
Livèche (graine) (*Levisticum officinale*)	19-B
Macis (*Myristica fragrans*)	19-B
Maniguette (*Aframomum melegueta*)	19-B
Marrube (*Marrubium vulgare*)	19-A
Mélisse (*Melissa officinalis*)	19-A
Menthe pouliot (*Mentha pulegium*)	19-A
Moutarde (graine) (*Brassica juncea, B. hirta, B. nigra*)	19-B
Murraya (feuille) (*Murraya koenigii*)	19-A
Muscade (*Myristica fragrans*)	19-B
Nigelle (*Nigella sativa*)	19-B
Origan (*Origanum* spp.) (y compris la marjolaine)	19-A
Pavot (graine) (*Papaver somniferum*)	19-B
Persil (séché) (*Petroselinum crispum*)	19-A
Piment de la Jamaïque (*Pimenta dioica*)	19-B
Poivre blanc (*Piper nigrum*)	19-B
Poivre noir (*Piper nigrum*)	19-B
Rocou (graine) (*Bixa orellana*)	19-B
Romarin (*Rosmarinus officinalis*)	19-A
Rue (*Ruta graveolens*)	19-A
Safran (*Crocus sativus*)	19-B
Sanguisorbe (*Sanguisorba minor*)	19-A
Sarriette (des jardins et des montagnes) (*Satureja* spp.)	19-A
Sauge (*Salvia officinalis*)	19-A
Sclarée (*Salvia sclarea*)	19-A
Souci (*Calendula officinalis*)	19-A
Tanaisie (*Tanacetum vulgare*)	19-A
Thé des bois (*Gaultheria procumbens*)	19-A
Thym (*Thymus* spp.)	19-A
Vanille (*Vanilla planifolia*)	19-B

Le tableau 2 énumère pour chaque sous-groupe du groupe 19 les produits représentatifs ainsi que l'ensemble des produits qui composent le sous-groupe.

Tableau 2 – Sous-groupes du groupe 19

Produits représentatifs	Produits
Sous-groupe 19-A : Fines herbes Basilic (frais et séché) et ciboulette	Absinthe; ail chinois; aneth (feuille); angélique; aspérule odorante; balsamite; basilic; bourrache; camomille; capucine; cataire; cerfeuil (séché); ciboulette; coriandre (feuille); culantro (feuille); estragon; hysope; laurier (feuille); lavande; lemon-grass; livèche; marrube; mélisse; menthe pouliot; murraya (feuille); origan (*Origanum* spp.); persil (séché); romarin; rue; sanguisorbe; sarriette (des jardins et des montagnes); sauge; sclarée; souci; tanaisie; thé des bois; thym.
Sous-groupe 19-B : Épices Poivre noir; graine de céleri ou d'aneth	Aneth (graine); anis (graine); anis étoilé; baie de genièvre; cannelle; câpre; cardamome; carvi; céleri (graine); clou de girofle; coriandre; culantro (graine); cumin; fenouil; fenouil de Florence (graine); fenugrec; fleur de cannelier; livèche (graine); macis; maniguette; moutarde (graine); muscade; nigelle; pavot (graine); piment de la Jamaïque; poivre blanc; poivre noir; rocou; safran; vanille.

(20) Groupe 20 : Oléagineux

(I) Produits représentatifs : Colza; tournesol

(ii) Le tableau suivant énumère tous les produits du groupe 20.

Groupe 20 : Oléagineux
Carthame (*Carthamus tinctorius*)
Colza (*Brassica napus*)
Lin (*Linum usitatissimum*)
Moutarde (noire et blanche) (*Brassica nigra; Sinapis alba*)
Moutarde brune (*Brassica juncea*)
Moutarde des champs (*Brassica campestris*)
Navette (*Brassica campestris*)
Tournesol (*Helianthus annuus*)